



*Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Caminos,
Canales y Puertos.*
UNIVERSIDAD DE CANTABRIA



Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

*Application of the step loading technique
methodology to the Small Punch test*

Trabajo realizado por:

Álvaro Fernández Fernández

Dirigido:

Borja Arroyo Martínez

José Alberto Álvarez Laso

Titulación:

**Máster Universitario en integridad y durabilidad de
materiales, componentes y estructuras**

Santander, octubre de 2020

TRABAJO FIN DE MASTER

TÍTULO	Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch
AUTOR	Álvaro Fernández Fernández
DIRECTORES	Borja Arroyo Martínez / José Alberto Álvarez Laso
TITULACIÓN	Máster Universitario en integridad y durabilidad de materiales, componentes y estructuras
FECHA	20 de octubre 2020

PALABRAS CLAVE

Small Punch, ASTM F1624, Ensayo por escalones, Fragilización por hidrógeno

RESUMEN**ANTECEDENTES**

Los materiales expuestos a ambientes agresivos, tales como corrosión bajo tensión o fragilización por hidrógeno, deben ser evaluados frente a estos, tanto en fase de diseño como de explotación de las instalaciones construidas con ellos, especialmente en el caso de aceros de media y alta resistencia, los cuales presentan la mayor susceptibilidad a estos fenómenos. Existen ensayos normalizados capaces de llevar a cabo este cometido, consistentes habitualmente en la sollicitación bajo cargas constantes de probetas sometidas al ambiente agresivo objeto de estudio, atendiendo al fallo de las mismas. Estas técnicas presentan inconvenientes tales como la demanda de una gran cantidad de tiempo, así como ciertas incertidumbres en los resultados y la necesidad de un número considerable de muestras.

Por ello, hace algunos años, fue publicada la normativa ASTM F1624, que consiste en el ensayo de materiales en ambiente mediante el empleo de la técnica de sollicitación por escalones de carga incrementales. Sus principales ventajas radican en la posibilidad de obtener la tensión umbral en un cierto ambiente agresivo en un tiempo relativamente contenido (alrededor de una semana) con un número reducido de probetas (mínimo de 3).

Por otro lado, existen situaciones donde no es posible destinar a estos ensayos una cantidad de material tal que se capaz de satisfacer los estándares convencionales. Esta situación viene siendo solventada durante los últimos años mediante el empleo de novedosas técnicas quasi-no-destructivas, entre las que el ensayo Small Punch ocupa un lugar de referencia en la actualidad. Este ensayo en fase pre-normativa, que consiste en deformar una probeta plana de pequeñas dimensiones hasta rotura mientras se registran la carga aplicada y el desplazamiento del punzón o de la probeta, ha sido empleado con éxito en la estimación de propiedades en tracción, fractura y creep. Más recientemente, su aplicación a escenarios ambientales adversos ha sido también validada.

PLANTEAMIENTO

En el presente trabajo, se propone la aplicación de la metodología de ensayo por escalones incrementales a la técnica Small Punch. Para ello, se proponen modificaciones basadas en las características inherentes al ensayo Small Punch y las dimensiones de sus probetas, consistiendo principalmente en la modificación de la duración de los escalones de carga, entre otros aspectos.

Se pretende con ello proponer una alternativa a los ensayos convencionales cuando estos no puedan ser llevados a cabo, o ya bien cuando se desee una estimación rápida y sencilla por motivos de economía, que permita la estimación del umbral en ambiente dentro del horizonte temporal de unos pocos días. Todo se lleva a cabo intentando preservar los aspectos clave del ensayo Small Punch: sencillez, rapidez y economía.

Para poner a punto lo anterior, se han seleccionado dos aceros, de media y alta resistencia, sometidos a un ambiente de fragilización por hidrógeno simulado mediante la técnica de polarización catódica en un electrolito ácido (básicamente 1N de H_2SO_4 en H_2O) en el que se han aplicado tres niveles diferentes de agresividad.

RESULTADOS

Como referencia, se han llevado a cabo ensayos normalizados sobre probetas cilíndricas de acuerdo a la norma ASTM F1624, los cuales ha sido después comparados en base con una batería de ensayos Small Punch realizados según la metodología propuesta en condiciones homólogas, tanto a nivel de parámetros mecánicos como en lo referente a sus micromecanismos de fallo basados en observaciones mediante microscopía electrónica de barrido.

Se ha concluido que la metodología propuesta es capaz de reproducir los fenómenos ambientes y micromecanismos observados en la técnica normalizada, con lo que la misma ha quedado validada.

Finalmente, se ha propuesto una correlación experimental para la estimación de la tensión umbral en ambiente agresivo, basada únicamente en los resultados de ensayos Small Punch acordes a la normativa propuesta.

TITLE	Application of the step loading technique methodology to the Small Punch test
AUTHOR	Álvaro Fernández Fernández
SUPERVISORS	Borja Arroyo Martínez / José Alberto Álvarez Laso
DEGREE	Máster Universitario en integridad y durabilidad de materiales, componentes y estructuras
DATE	October 20 th , 2020

KEYWORDS

Small Punch, ASTM F1624, Step loading technique, Hydrogen embrittlement

ABSTRACT**BACKGROUND**

Materials exposed to aggressive environments, such as stress corrosion cracking or hydrogen embrittlement, must be evaluated against these, both in the design phase and in the operation one of the facilities built with them, especially in the case of medium and high strength steels, which present the greatest susceptibility to these phenomena. There are standard tests for this task, usually consisting of the solicitation of specimens under constant loads subjected to the aggressive environment under study, up to the failure of the same. These techniques present problems such as the demand for a large amount of time, as well as uncertainties in the results, and the need for a considerable number of samples.

For this reason, a few years ago, the ASTM F1624 standard was published, which consists on the testing materials in environment using the step loading technique. Its main advantages lie in the possibility of obtaining the threshold stress in a certain aggressive environment in a relatively short time (around a week) with a reduced number of specimens (minimum of 3).

On the other hand, there are situations where there is not material enough to obtain specimens according to conventional standards. This situation has been solved in recent years through the use of novel quasi-non-destructive techniques, among which the Small Punch test is a reference today. This test in a pre-normative phase, which consists of punching a small flat specimen deforming it up to failure while the applied load and the displacement of the punch or of the specimen are recorded, has been successfully employed in the estimation of tensile properties, fracture and creep. More recently, its application to adverse environmental scenarios has also been validated.

APPROACH

In the present work, the application of the step loading technique to the Small Punch test is proposed. For this, modifications are proposed based on the characteristics inherent to the Small Punch test and the dimensions of the specimens, mainly consisting on the modification of the duration of the load steps, among other aspects.

The aim is to propose an alternative to conventional tests when these cannot be carried out, or when a fast and simple estimation is required for economy reasons, which allows the estimation of the threshold in environment within few days. The philosophy employed has been to preserve the key aspects of the Small Punch test: simplicity, fastness and economy.

To materialize the aforementioned approach, two steels, of medium and high strength, have been selected, subjected to a simulated hydrogen embrittlement environment by means of the cathodic polarization technique in an acid electrolyte (basically 1N of H₂SO₄ in H₂O) in which three different levels of aggressiveness have been applied.

RESULTS

As a reference, standard tests have been carried out on cylindrical specimens according to the ASTM F1624 standard, which have then been compared to a set of Small Punch tests carried out under homologous conditions according to the proposed methodology, regarding both mechanical and micro-mechanisms based on scanning electron microscopy observations.

It has been concluded that the proposed methodology is capable of reproducing the environmental phenomena and micromechanisms observed in the standardized technique, being then validated.

Finally, an experimental correlation has been proposed to estimate the threshold stress in an aggressive environment, based just on the results of Small Punch tests according to the proposed regulations.

1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS	8
2. ESTADO DEL ARTE	11
2.1 La fragilización por hidrógeno en aceros	11
2.1.1 Principales mecanismos de actuación del hidrógeno en aceros	12
2.1.2 Control del contenido en hidrógeno y las propiedades mecánicas bajo su exposición	13
2.1.2.1 Determinación del contenido en hidrógeno	14
2.1.2.2 Ensayos de tracción uniaxial	15
2.1.2.3 Ensayos sobre probetas pre-agrietadas	18
2.1.2.4 Ensayos de flexión	19
2.1.2.5 Ensayos con probetas en forma de U	21
2.1.2.6 Ensayos con probetas en forma de C	22
2.1.3 La norma ASTM F-1624	23
2.2 El ensayo Small Punch	25
2.2.1 Definición del ensayo Small Punch	25
2.2.2 Procedimiento experimental	26
2.2.3 Determinación de las propiedades de tracción mediante ensayos Small Punch	33
2.2.4 Determinación de la tenacidad a fractura mediante ensayos Small Punch	36
2.2.5 Técnicas SPT para evaluar la fragilización por hidrógeno	43
3. MATERIALES Y METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	48
3.1 Materiales seleccionados	48
3.2 Ambientes fragilizantes	51

3.3 Ensayos de tracción por escalones según ASTM F1624	54
3.4 Propuesta de aplicación de la técnica de escalones al ensayo SPT	56
3.5 Diseño y puesta a punto de dispositivo experimental	59
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	67
4.1 Resultados tracción según ASTM F1624	67
4.1.1 ASTM F1624 sobre acero X80	67
4.1.2 ASTM F1624 sobre acero S420	70
4.2 Resultados propuesta Small Punch	74
4.2.1 Propuesta SPT sobre acero X80	74
4.2.2 Propuesta SPT sobre acero S420	77
4.3 Comparación de ambas técnicas	81
4.3.2 Concentración de hidrógeno	82
4.4 Propuesta de estimación de la tensión umbral en base a ensayos SPT	85
5. CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO	87
5.1 Conclusiones	87
5.2 Trabajo futuro	89
6. BIBLIOGRAFÍA	91

1. Introducción y objetivos

1.1 Introducción

En las últimas décadas, los requerimientos de los materiales se han visto paulatina y continuamente incrementados, desarrollando así una amplia gama de aceros de media y alta resistencia para satisfacer la demanda de los diferentes sectores consumidores, especialmente del energético y oil&gas. El inconveniente de estos materiales, los aceros de media y alta resistencia, muy utilizados en instalaciones industriales y de generación de energía, es que se ven gravemente afectados por los ambientes agresivos habitualmente presentes en estas actividades.

El efecto del ambiente en estos aceros cuando operan en instalaciones offshore, combinado con los sistemas de protección catódica habitualmente empleados, o ya bien los propios de la presencia de H_2S , como en las tuberías de transporte de gas, tiene como consecuencia fenómenos de afección por el ambiente tales como fragilización por hidrógeno (FH) o fisuración inducida por el ambiente (FIH), que pueden conducir a la degradación del acero y a fallos subcríticos con consecuencias catastróficas. Por las razones anteriores, es necesario controlar los aceros de media y alta resistencia cuando trabajan en ambientes agresivos mediante la realización de ensayos mecánicos, ya sea en la fase de diseño o en la de explotación de las infraestructuras.

Algunas de las dos normas principales utilizadas para la caracterización de la afección por el ambiente son la ISO 7539 [1] y la ASTM E1681 [2]. De este modo, los ensayos de baja velocidad de deformación sobre probetas de fractura son comúnmente empleados para obtener propiedades de fractura, mientras que para la determinación de la tensión umbral se emplean habitualmente ensayos de probetas de tipo tracción sometidas a carga constante, atendiendo a la rotura de las mismas cuando son expuestas al medio agresivo.

La tensión umbral se ha definido históricamente como el límite inferior por debajo del que nunca ocurrirá el fallo de la probeta sometida al ambiente. Esta metodología tiene dos desventajas principales: la demanda de una gran cantidad de tiempo, ya que suele requerir alrededor de 10 ó 12 muestras que pueden llegar hasta las 10.000h [2] de ensayo, y su inexactitud. Para solucionar este problema se publicó la norma ASTM F1624 [3], que consiste en aplicar escalones de carga incrementales durante tiempos determinados hasta que se produzca el fallo de la probeta, debido a la interacción material-ambiente. Este método permite estimar la tensión

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

umbral en ambiente, σ_{th} , de aceros con durezas a partir de 33 HRC en pocos días, mediante el ensayo de un mínimo de 3 muestras.

En algunos casos, como en las uniones soldadas, o piezas con geometrías complejas y reducido tamaño, no se pueden obtener muestras de tamaño o espesor suficiente para cumplir con los requisitos de las normas antes mencionadas: para solucionar este problema se desarrolló, destacando dentro de la familia de ensayos miniatura, el ensayo Small Punch (SPT). Se aplicó por primera vez en la década de 1980 y se está convirtiendo en una alternativa global a los ensayos convencionales; su norma europea, actualmente en borrador, se publicará próximamente [4].

1.2 Objetivos

En los últimos años, el ensayo SPT ha demostrado su efectividad en la caracterización de aceros de media y alta resistencia en ambientes agresivos [5-8], por lo que en base a esto, se propone la implementación de la metodología de carga por escalones de la norma ASTM F1624 al ensayo Small Punch [9-10].

Para ello, se proponen modificaciones basadas en las características inherentes al ensayo Small Punch y las dimensiones de sus probetas, consistiendo principalmente en la modificación de la duración de los escalones de carga, y del tiempo previo de saturación en el ambiente de las probetas, entre otros aspectos.

Se pretende con ello proponer una alternativa a los ensayos convencionales cuando estos no puedan ser llevados a cabo, o ya bien cuando se desee una aproximación rápida y sencilla por motivos de economía, que permita la estimación del umbral en ambiente dentro del horizonte temporal de unos pocos días. Todo se lleva a cabo intentando preservar los aspectos clave del ensayo Small Punch: sencillez, rapidez y economía.

Para ello se han seleccionado dos aceros, de media y alta resistencia, sometidos a un ambiente de fragilización por hidrógeno simulado mediante la técnica de polarización catódica en un electrolito ácido (básicamente 1N de H₂SO₄ en H₂O) en el que se han aplicado tres niveles diferentes de agresividad.

Como referencia, se presentan ensayos normalizados sobre probetas cilíndricas de acuerdo a la norma ASTM F1624, los cuales son después comparados con una batería de ensayos Small Punch realizados según la metodología propuesta en condiciones homólogas, tanto a nivel de

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

parámetros mecánicos como en lo referente a sus micromecanismos de fallo basados en observaciones mediante microscopía electrónica de barrido.

Finalmente, se pretende ver si es posible concluir que la metodología propuesta es capaz de reproducir los fenómenos ambientes y micromecanismos observados en la técnica normalizada, con lo que la misma podría quedar validada, para en un siguiente paso proponer correlaciones experimentales para la estimación de la tensión umbral en ambiente agresivo, basada únicamente en los resultados de ensayos Small Punch.

2. Estado del arte

2.1 La fragilización por hidrógeno en aceros

El hidrógeno es uno de los elementos más comunes en la Tierra, y está presente en forma de compuesto gaseoso, como parte del agua o en compuestos geológicos. Por tanto, convive con los materiales y sus aplicaciones estructurales. Es especialmente crítico para los aceros de alta resistencia, y también muchos de media resistencia, los cuales, debido a su tipo de microestructuras martensíticas o bainíticas, son sensibles a los efectos que el hidrógeno produce a sus propiedades mecánicas.

El hidrógeno se introduce en el acero mediante dos vías:

- Los procesos de fabricación.
- Las condiciones ambientales durante su uso.

La primera de ellas es de, relativamente, fácil control y puede ser subsanada antes de la comercialización de los aceros, con lo cual la integridad estructural de los mismos no suele verse comprometida por ello. Si embargo la afección de los aceros por el hidrógeno durante su vida en servicio presenta mayores complejidades, tanto en lo referente a su detección como a su control, siendo la responsable en numerosas ocasiones de fallos relacionados con la merma en sus propiedades mecánicas producidas por los mismos.

El comportamiento de los aceros en entornos donde hay presencia de hidrógeno da lugar a fenómenos de fragilización, que dependen de la microestructura del material, así como del contenido del propio hidrógeno en su red atómica. Por todo esto, es de gran determinar el contenido de hidrógeno atrapado en los materiales y su interacción con la microestructura. Este contenido debe considerarse como un aspecto crucial, previo a cualquier estudio posterior para el diseño de cualquier componente o estructura.

El comportamiento en concreto depende del nivel tensional en la punta de grieta, el contenido de hidrógeno, el factor de intensidad de tensiones, la temperatura, las

propiedades mecánicas del material, la composición del grano, la deformación plástica, la densidad de dislocaciones en la punta de grieta, la distribución de la tensión y de las trampas de hidrógeno [11].

El comportamiento de los aceros de alta resistencia en entornos agresivos se ve afectado por los problemas mencionados. Un ejemplo de fragilización por hidrógeno son las tuberías de transporte de gas fabricadas con acero de baja aleación, las cuales suelen presentar microgrietas debido a la acción del hidrógeno en las dislocaciones.

Otro problema difícil de controlar es el producido por los sistemas de protección catódica contra la corrosión de estructuras off-shore, los cuales emplean una corriente eléctrica que produce una gran cantidad de hidrógeno al disgregar moléculas de agua, y que es después absorbido por el material, incorporándolo en su microestructura, pudiendo ser activado por deformación plástica.

2.1.1 Principales mecanismos de actuación del hidrógeno en aceros

Existen numerosos trabajos que evalúan el efecto del hidrógeno sobre aceros de alta y media resistencia considerando los mecanismos de actuación, especialmente la acción conjunta del hidrógeno junto con estados de tensión local. Algunos de los más aceptados en la actualidad se recogen en [12,13]:

- HEDE, mecanismo de decohesión mejorado por hidrógeno: Se basa en la reducción de las fuerzas cohesivas en el área próxima a la punta de grieta cuando se alcanza un esfuerzo crítico o deformación, debido a la introducción de átomos de hidrógeno. Se produce un mecanismo de fallo por clivajes. [14,15]
- HELP, plasticidad local mejorada por hidrógeno: El hidrógeno acumulado en la punta de grieta favorece las dislocaciones a niveles de tensión bajos debido a la merma de las propiedades mecánicas que causa el hidrógeno. El mecanismo de fallo es la coalescencia de microhuecos que aceleran el crecimiento subcrítico de grietas. [16]

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

- AIDE, emisión de dislocación inducida por adsorción: Es una combinación de los dos modos anteriores. El hidrógeno atómico se absorbe en las zonas más tensionadas, es decir en la punta de grieta, lo que provoca un debilitamiento de las fuerzas cohesivas mediante los mecanismos de HEDE. Como consecuencia de esto, se produce la propagación subcrítica de la grieta por los mecanismos de HELP. El colapso se produce de la misma forma por mecanismos combinados; clivajes junto con coalescencia de microhuecos [17]
- HEMP, plasticidad macroscópica mejorada por hidrógeno: Cuando el contenido en hidrógeno es lo suficientemente alto, este afecta directamente a las propiedades mecánicas, reduciendo el límite elástico y provocando así una plastificación a niveles tensionales más bajos de lo normal [12,13].
- HAM, microfractura asistida por hidrógeno: Cuando el material se carga con hidrógeno, el micromecanismo de fallo cambia de dúctil a frágil [12,13].
- DHF, fractura decohesiva por hidrógeno: El hidrógeno causa efectos decohesivos en la microestructura del material, que desembocan en fracturas frágiles [12,13].

También es necesario indicar que las roturas por hidrógeno normalmente son causadas por una mezcla de varios de los mecanismos anteriormente citados, lo que se conoce como fractura mixta (MF). Todos ellos tienen en común que los efectos tienen lugar en la punta de grieta, donde a tensiones nominales inferiores al límite elástico se producen daños subcríticos.

2.1.2 Control del contenido en hidrógeno y las propiedades mecánicas bajo su exposición

Es crucial para garantizar un correcto funcionamiento de los componentes y estructuras a lo largo de su vida útil, realizar un profundo análisis de la cantidad de hidrógeno a la que se ven sometidos los materiales, tanto en la fase de diseño como controles periódicos durante su funcionamiento, y poder cuantificar el grado de fragilización del acero, para así evitar roturas indeseadas que pueden provocar la pérdida de

infraestructuras de un alto valor económico e incluso desgracias mayores en el caso de intervenir personas.

Por un lado, pueden llevarse a cabo directamente ensayos de contenido en hidrógeno en aceros, tanto durante la fabricación como tras ella, aunque suele ser más común el control de la evolución del contenido durante su vida en servicio, o ya bien en análisis post-mortem de componentes.

Por otro lado, sin embargo, y a pesar que lo anterior constituya una herramienta complementaria de alto valor, lo más habitual suele ser la realización de ensayos mecánicos del acero a emplear en aplicaciones de ambientes agresivos sometidos a tales ambientes. Para ello, habitualmente se llevan a cabo ensayos de corrosión bajo tensión y fragilización por hidrógeno consistentes en exponer la probeta a un ambiente agresivo mientras es aplicada una sollicitación determinada. El primer documento que recoge una metodología para analizar experimentalmente la fragilización por hidrógeno fue publicado por ASTM en 1974 [18], y desde entonces han ido surgiendo numerosas normativas destinadas a ello. Las tipologías de ensayo empleadas más comúnmente pueden ser divididas en familias según la forma de aplicación de la carga, y según el tipo de probeta utilizado, existiendo una amplia variedad [19], que se esquematiza seguidamente.

2.1.2.1 Determinación del contenido en hidrógeno

La forma más común de determinar el contenido en hidrógeno es mediante analizadores que emplean la técnica de extracción por calor. Se trata de calentar la muestra de manera que el hidrógeno presente pueda difundirse. Después de eso, el contenido de hidrógeno se determina mediante una celda de termoconductividad que mide el gradiente de conductividad térmica en el ambiente que la atraviesa.

Aunque no existe mucha bibliografía al respecto, [20], si que hay publicadas algunas normas [19,21] e informes que proporcionan unas indicaciones básicas acerca de la selección, preparación y limpieza de muestras para análisis. En resumen, se trata de

elegir la muestra correcta y dotarla de la geometría adecuada, para después hacer una limpieza de la misma, normalmente por inmersión en productos químicos como acetona o tricloroetileno, ayudado a veces por ultrasonidos durante un tiempo estipulado, pero siempre relativamente corto, en el orden de los segundos o minutos. Cabe destacar que estos productos químicos contienen hidrógeno, por lo que hay que tomar su aplicación con cautela, más teniendo en cuenta que no hay estudios sobre su incidencia sobre las muestras y que los contenidos en hidrógeno a evaluar suelen ser relativamente bajos, por lo que estos productos podrían introducir un error mayor a la propia medida. Una vez limpias, lo ideal es analizar las muestras inmediatamente, de manera que el hidrógeno no pueda dispersarse. Si esto no fuese posible, se almacenarán a la temperatura más baja posible; preferiblemente en nitrógeno líquido.

2.1.2.2 Ensayos de tracción uniaxial

El fundamento de esta tipología de ensayos consiste en someter una probeta a carga constante, deformación constante, o en situación de velocidad de deformación lenta. Los ensayos uniaxiales son, principalmente, útiles para establecer el umbral de tensiones por debajo del cual las grietas no propagan. Las principales normativas de referencia son ASTM G-49 [21] e ISO-7539 [1], y también pueden encontrarse detalles, principalmente de geometría, en la ASTM E8 [22].

Ensayos de deformación constante: En los ensayos de deformación constante la tensión aplicada va decreciendo a medida que la grieta va aumentando. Comercialmente existen anillos para aplicar la carga, como se muestra en la Figura 2.1. Estos anillos están calibrados individualmente, proporcionando una tabla de conversiones de cargas para aplicar a las probetas en función del desplazamiento producido por el anillo. Este tipo de ensayos también se pueden realizar en máquinas de tracción rígidas, llevando la probeta a una tensión determinada, y en dicho punto se programa la máquina para que mantenga una deformación constante a lo largo del tiempo hasta el fin del mismo.



Figura 2.1 *Dispositivo de ensayo de corrosión bajo tensión usando un anillo de prueba de carga [19]*

Ensayos de carga constante: Otra tipología muy variada de ensayo son los llamados de carga constante. La carga se suele aplicar con un brazo de palanca, aunque para probetas tipo alambre, se puede colocar el peso en el extremo de la probeta. En este tipo de ensayos, al mantener una carga constante e ir disminuyendo progresivamente, el área de la sección transversal al ir aumentando el tamaño de grieta, se provoca un aumento de la tensión en la sección a lo largo del transcurso del mismo. Estos ensayos presentan la ventaja de que la rotura se produce de un modo dúctil, en el momento en que fallan por falta de sección remanente.

Ensayos a velocidad de deformación lenta: Los ensayos de tracción a baja velocidad, conocidos más comúnmente como SSRT (slow strain rate tests), consisten en someter una probeta a un esfuerzo uniaxial de tracción con velocidades de deformación extremadamente lentas en presencia de un agente agresivo. La principal ventaja respecto a los anteriormente comentados es que siempre se va a producir la rotura,

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

independientemente de que sea por afección del ambiente, por fallo mecánico, o por ambos.

En este tipo de ensayos se necesitan velocidades de avance extremadamente bajas, la normativa cita valores de deformación por debajo de 10^{-5} s^{-1} [12]. Esto no es fácil de reproducir por aparatos convencionales de ensayos, por lo que se emplean dispositivos específicamente diseñados para tales fines. Un ejemplo de máquina de ensayos de deformación lenta es la que aparece en la Figura 2.2, capaz de proporcionar velocidades de avance en el rango de 10^{-4} a 10^{-7} cm/s .

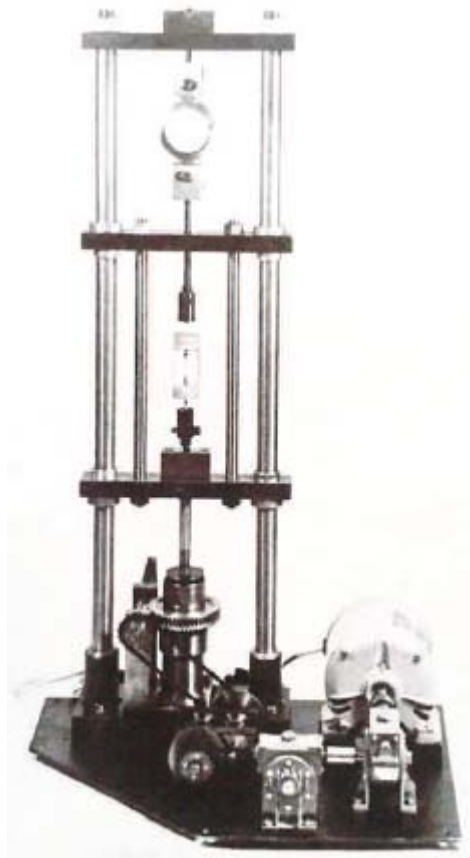


Figura 2.2 *Máquina de ensayos de tracción a baja velocidad con un dispositivo de ensayos de corrosión bajo tensión montado en la misma [19]*

2.1.2.3 Ensayos sobre probetas pre-agrietadas

Esta tipología de ensayos consiste, fundamentalmente, en someter a una probeta, en la que previamente se ha generado un defecto tipo grieta por fatiga, a una situación tensional que provoque su avance. Como se muestra en la Figura 2.3, la tipología de probetas a emplear es muy diversa, y los ensayos pueden llevarse a cabo bajo carga constante, desplazamiento constante, o ya bien bajo velocidades de desplazamiento constante a baja velocidad. Entre la normativa principal de aplicación para estas situaciones destacan ASTM 1G68 [23], ISO-7539 [1], ASTM E-1618 [2], ATM E-399 [24], ASTM E-1820 [25], ASTM E-1921 [26] y el código [27], ya que el objetivo con cada método y geometría de ensayo suele ser diferente.

En algunos casos, mediante el empleo de probetas bajo carga constante o deformación constante, suele determinarse el umbral de propagación en términos de K , (K_{ISCC} ó K_{IEAC}) [19]. En otras ocasiones, mediante el ensayo a velocidades de sollicitación muy bajas y el registro del COD con probetas compactas [28] se puede determinar la velocidad de propagación de fisuras, da/dt , así como el valor del factor de intensidad de tensiones de iniciación de la propagación. También, mediante el empleo de probetas tipo DCB (double cantilever beam) [29] en las que se impone un desplazamiento constante, es posible registrar la velocidad de propagación de grietas por tramos mediante reajustes de la apertura definida a medida que la grieta, va sucesivamente propagando y parándose.

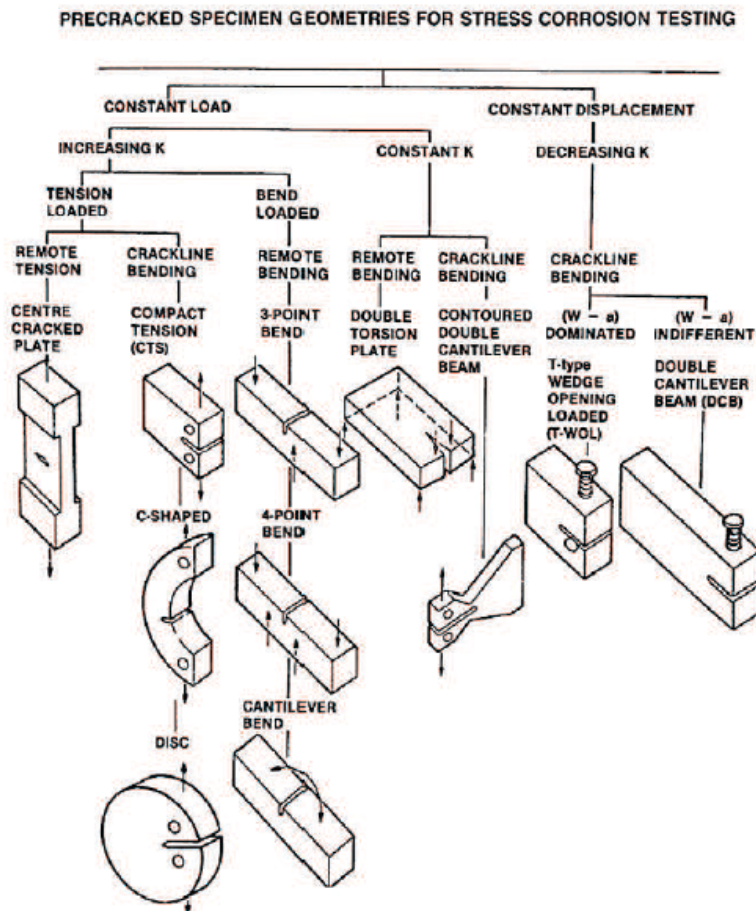


Figura 2.3 *Diferentes geometrías de probetas prefisuradas para ensayos de corrosión bajo tensión [19]*

2.1.2.4 Ensayos de flexión

Los ensayos de flexión consisten en doblar una probeta utilizando una plantilla específica donde encaja la misma, evitando que esta recupere su deformación elástica, viene recogida en la normativa ASTM G39-99 [30], siendo también de aplicación la ISO-7539 [1]. En este ensayo, tanto la probeta como la plantilla que la sujeta están expuestas al ambiente agresivo.

Pueden ser empleadas probetas de flexión de diversas formas, aunque este ensayo se usa principalmente para hojas, láminas o materiales planos extruidos, que normalmente proporcionan probetas planas de sección transversal rectangular. Sin embargo, pueden

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

obtenerse probetas de flexión de materiales vaciados, alambres o varillas e incluso probetas mecanizadas de secciones circulares. La preparación, tanto de las probetas como de los soportes donde éstas se van a colocar es sencilla y sin elevado coste, además son adecuadas para multitud de ensayos.

Este tipo de probetas tienen la particularidad que son ensayadas a niveles de tensión por debajo del límite elástico ya que la formulación utilizada para calcular las tensiones se aplica solo en el rango elástico [30]. El sistema de tensiones en este tipo de probetas es complejo, ya que la mayor tensión se encuentra localizada en la parte que está más traccionada. Al ser un ensayo de carga constante, ya que la probeta se coloca en una determinada posición hasta rotura, la tensión va decreciendo a medida que las grietas van aumentando.

Existen varios tipos de ensayos de flexión en función de los puntos de aplicación de la carga, que se muestran esquemáticamente en la Figura 2.4 y se citan a continuación.

- Dos puntos
- Tres puntos
- Cuatro puntos
- Probetas de doble hoja

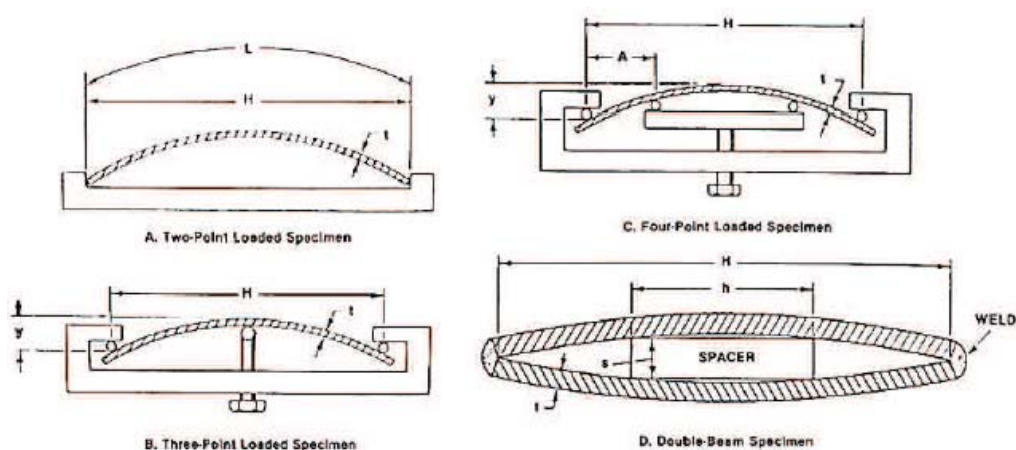


Figura 2.4 Representación esquemática de los ensayos a flexión [19]

2.1.2.5 Ensayos con probetas en forma de U

Las probetas en forma de U son generalmente barras rectangulares que se doblan 180 grados con un radio de giro predeterminado, permaneciendo deformadas de manera constante durante el ensayo de corrosión [19]. Las normativas de utilización son ASTM G30 [31], e ISO-7539 [1].

Este tipo de probetas se usa en aleaciones lo suficientemente dúctiles para poder darles dicha forma sin fracturar mecánicamente. Las probetas suelen hacerse a partir de barras o láminas, pero también de placas, vaciados o soldaduras. El estado tensional no se suele conocer, y en una misma probeta puede variar en un determinado rango; es por ello por lo que este ensayo no es adecuado para estudiar el efecto de la aplicación de una tensión en un ensayo de Corrosión Bajo Tensión.

La ventaja de las probetas en forma de U es que son sencillas, y económicas de hacer y de ensayar. El principal uso de este tipo de ensayos es encontrar grandes diferencias entre la resistencia a la exposición de diferentes aleaciones en el mismo ambiente, o ya bien de una misma aleación en diferentes ambientes [19]. La forma de las probetas y las dimensiones típicas que se han usado de manera satisfactoria para un amplio abanico de materiales aparecen en la Figura 2.5. La longitud y la anchura de la probeta dependen de la cantidad de material de la que se disponga y de la forma del material disponible, así como de la capacidad del recipiente donde se va a llevar a cabo el ensayo de corrosión.

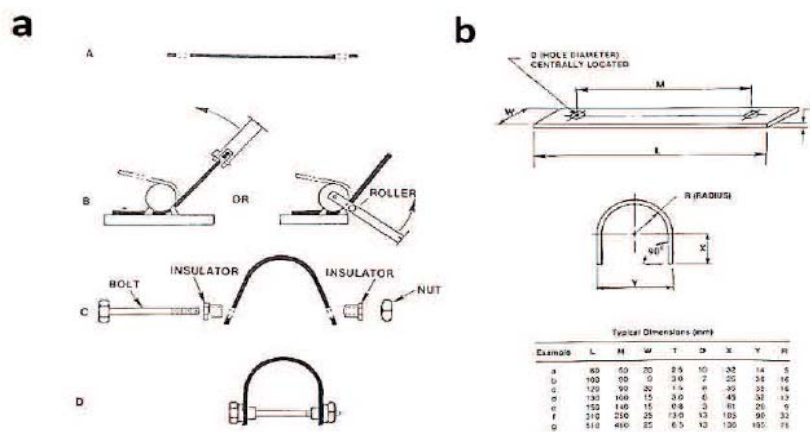


Figura 2.5 Probetas en forma de U. a) Proceso de doblado; b) Dimensiones típicas [19]

2.1.2.6 Ensayos con probetas en forma de C

Las probetas con forma de C son muy versátiles para determinar la susceptibilidad al agrietamiento de aleaciones en una amplia variedad de formas [19]. Están particularmente destinadas para ensayar tubos o barras en la dirección transversal, así como placas en la dirección del espesor (Figura 2.6). En los últimos años, las probetas en forma de C se han utilizado para ensayar tuberías de generadores de vapor en centrales nucleares como principal aplicación.

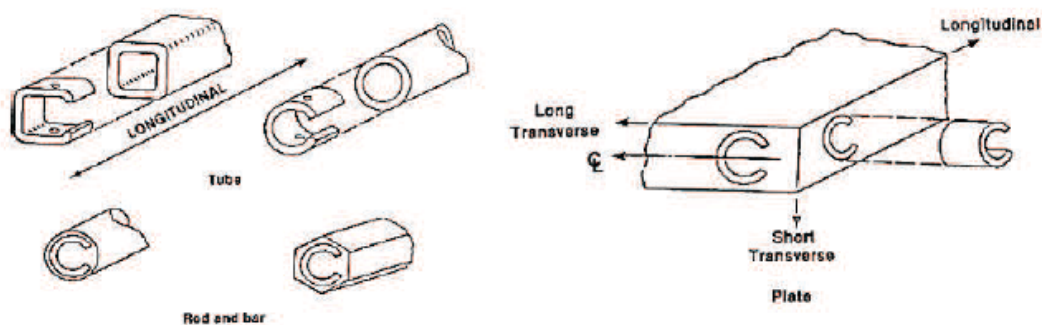


Figura 2.6 Orientaciones de las probetas en forma de C [19]

Las probetas en forma de C pueden ser ensayadas tanto a carga constante como bajo una deformación constante (Figura 2.7). En aquellos casos en que la tensión aplicada esté dentro del rango elástico las tensiones en las fibras externas se pueden determinar con una cierta precisión. Sin embargo, si hay tensiones que excedan el límite de proporcionalidad, la superficie externa contiene deformaciones elásticas y deformaciones plásticas; esto hace que resulte complicado determinar las tensiones en las fibras externas, al igual que ocurría con las probetas en forma de U. La normativa de referencia para este ensayo consiste básicamente en ASTM G38 [32] e ISO-7539 [1].

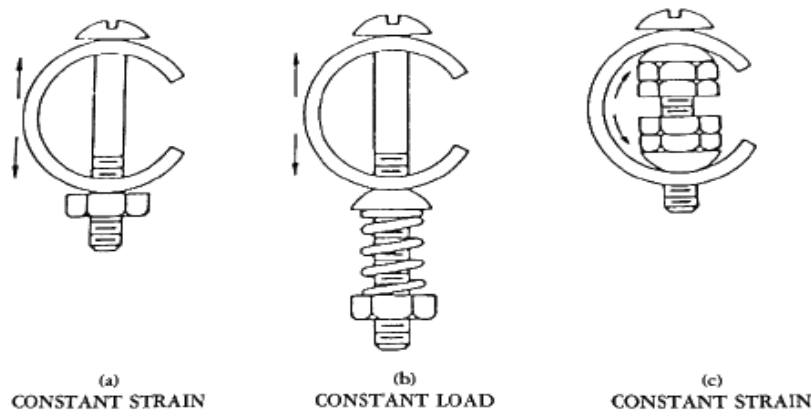


Figura 2.7 *Métodos de ensayo de probetas en forma de C [19]*

2.1.3 LA NORMA ASTM F-1624

En 2012 se publicó la primera versión de esta norma [3] para la realización de ensayos de tracción en ambiente corrosivo mediante escalones, con el objetivo de la obtención de la tensión, o carga, umbral en ambiente en un tiempo mucho más comedido, eliminando también las incertidumbres de los ensayos consistentes en la aplicación de una carga estática utilizados habitualmente, en los que se atiende a la rotura, o ya bien de determina el umbral si esta no se produce pasado un cierto tiempo. Por tanto, al ser una metodología bastante reciente, no existe tanta información ni trabajos como con otras técnicas recogidas por normas con mayor recorrido histórico.

Lo que busca es la carga para iniciar un crecimiento de grietas subcrítico. Se consigue aplicando escalones de carga que se van incrementando cada cierto tiempo, hasta la rotura final de la probeta.

Para ello, inicialmente se realiza un ensayo de tracción al aire según ASTM E8 [22], con el que se obtiene la carga de rotura del material, que se utilizará como cota superior para la iteración de las secuencias de escalones que se llevarán a cabo posteriormente en ambiente (evidentemente la resistencia del material en ambiente no superará la de este al aire).

Una vez obtenida esta, se divide en 20 escalones, que corresponden cada uno al 5% de esa carga de rotura. Se van aplicando estos escalones con una duración función de las

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

propiedades mecánicas del material, concretamente, como puede ser observado en la tabla 3.4, en función de su dureza. Finaliza así el primer ensayo, del que se obtiene una carga umbral que es cota superior del futuro resultado del ensayo. (P_{th1})

Para el segundo ensayo, se aplica como carga máxima la anteriormente citada carga umbral del primer ensayo incrementada en un 10%, $1,1 * P_{th1}$

Esta secuencia se repite hasta que la diferencia en las cargas umbral de dos ensayos consecutivos sea inferior a un 5%, definiéndose la carga umbral en el entorno P_{th} como el valor obtenido en el último ensayo, tal como esquematiza la Figura 2.8.

Según la norma ASTM F1624, es necesario ensayar al menos 3 probetas, de modo que, aunque las dos primeras probetas ya converjan por debajo de un 5% de dispersión, el tercer ensayo debe ejecutarse.

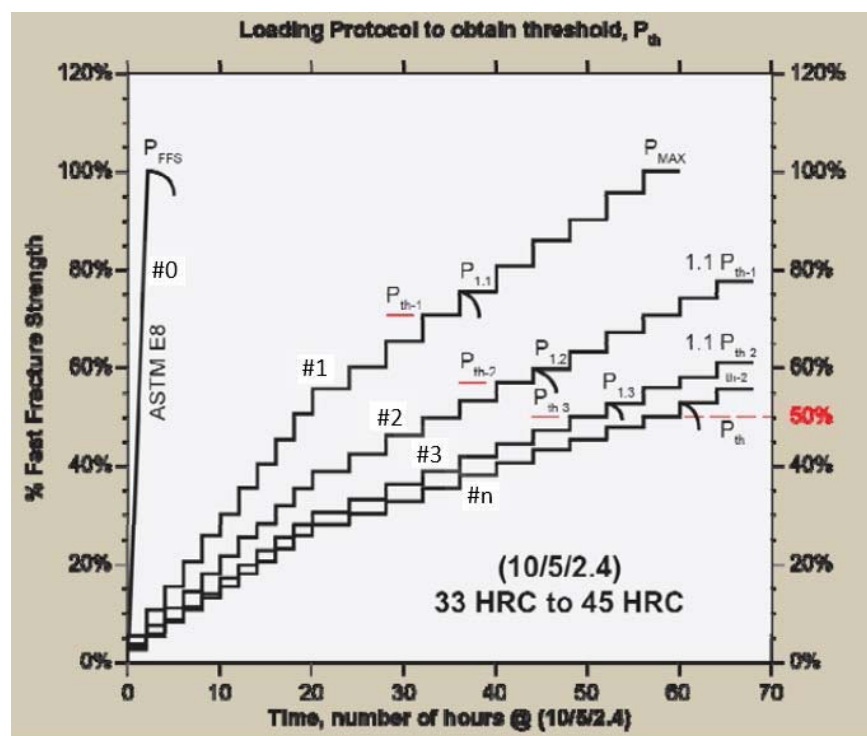


Figura 2.8 Ejemplo de método para obtener la carga umbral, P_{th} , en aceros entre 33 y 45 HRC

En principio, cuanto mejores sean las propiedades a tracción del material, y por tanto mayor su dureza, más afectación tendrá la fragilización medioambiental sobre la probeta.

Debido a este hecho, la norma ASTM F1624 [3] no recoge aceros con durezas por debajo de los 33HRC. En base a la dureza, establece tres perfiles de carga escalonada diferentes, como se puede observar en la Tabla 2.1

Tabla 2.1 Perfil de escalones de carga en función de la dureza del material [3]

Dureza (HRC)	Escalones	Carga (%Pmax)	Tiempo (h)	Protocolo de escalones
33 a <45	1 a 10	5	2	(10/5/2.4)
	11 a 20	5	4	
>45 a 54	1 a 10	5	1	(10/5/1.2)
	11 a 20	5	2	
>54	1 a 20	5	1	(20/5/1)

Esta metodología consigue un buen balance entre distintos aceros con mejores o peores propiedades, de manera que reduce significativamente los tiempos de los escalones (y de rotura) para aceros de muy alta resistencia (>54 HRC), y por el contrario otorga más tiempo cuando se trata de materiales menos duros (entre 33 y 45 HRC) permitiendo así que el hidrógeno haga efecto.

2.2 El ensayo Small Punch

2.2.1 Definición del ensayo Small Punch

Como definición general de la técnica Small Punch, consiste en un ensayo mecánico sobre una probeta plana de pequeño tamaño, en la que se aplica una carga mediante un punzón de cabeza semiesférica, mientras se registra la carga aplicada y el desplazamiento del punzón, o de la cara inferior de la probeta, de forma continua.

Como resultado de este ensayo se obtiene un registro de las variables fuerza, desplazamiento del punzón, o de la cara inferior de la probeta, que con la correcta metodología permite identificar las propiedades mecánicas de la muestra de ensayo, como su límite elástico, resistencia a tracción, propiedades en creep, y más

recientemente su comportamiento en condiciones ambientales adversas tales como corrosión bajo tensión o fragilización por hidrógeno.

Se trata de una metodología de alto interés para los siguientes aspectos [14]:

- Caracterización mecánica de componentes en servicio, ya que generalmente la extracción de muestras Small Punch no supone riesgo alguno para la estructura.
- Evaluación de propiedades de materiales irradiados, puesto que cuanto menor volumen presente la muestra, menor será la dosis de radiación recibida y más sencilla resultará su manipulación.
- Obtención de resultados adicionales de probetas ya ensayadas, puesto que es posible mecanizar probetas Small Punch y reensayar el material.
- Determinación de las propiedades de zonas muy localizadas, como por ejemplo las diferentes regiones de una unión soldada, o la afección térmica por un corte o calentamiento.
- En general, caracterización de materiales en cualquier escenario de escasez donde no exista disponibilidad para fabricar probetas convencionales.

A pesar de presentar estas ventajas respecto a los ensayos convencionales, y a pesar de llevar desarrollándose desde la década de los 80 [15], la técnica Small Punch no tiene aún una norma publicada de referencia para su aplicación. No obstante, existe a nivel europeo y pre-normativo un código de buena práctica [15] desde 2008, con recomendaciones para la realización de los ensayos, a partir del cual se ha redactado el borrador de una futura norma que verá la luz próximamente, ya que está en fase de revisión final.

2.2.2 Procedimiento experimental

Dadas sus características, el ensayo Small Punch puede considerarse una réplica en miniatura de la esencia del ensayo de punzonado por bola, regulado por la norma ASTM-E643 y empleado para medir la ductilidad de láminas metálicas [33].

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

El dispositivo experimental empleado para la realización de ensayos Small Punch estará constituido por los siguientes elementos (Figura 4.1), tal y como define el código de buena práctica [4]:

- Una matriz rígida inferior donde se apoya la probeta, perforada en su parte central para permitir la deformación de la misma.
- Una matriz rígida superior, que empotra la muestra en todo su contorno, y que también se encuentra perforada en su parte central para permitir el paso del punzón que va a presionar la probeta.
- Un punzón de cabeza semiesférica, encargado de ejercer presión sobre la probeta.

Estas piezas, correctamente acopladas, pueden ser ensambladas a una máquina universal de ensayos mecánicos servohidráulica o eléctrica, también se pueden incorporar a una máquina de sobremesa con dimensiones más reducidas.

Para evitar que durante el proceso de ensayo las piezas, en teoría rígidas e indeformables, se dañen o deformen, el código de buena práctica [15], recomienda el empleo de materiales con durezas no inferiores a 55 HRC, o ya bien de materiales con características térmicas similares al material de la muestra, en el caso de estar realizando ensayos a altas temperaturas.

De manera global, las dimensiones más empleadas son [4]:

- Punzón con 1.00 mm de diámetro y perforación inferior con 1.50 mm de diámetro.
- Punzón con 2.40-2.50 mm de diámetro y perforación inferior de 3.80 - 4.00 mm de diámetro; que es coincidente con las recomendaciones y de uso prácticamente generalizado en los últimos tiempos.

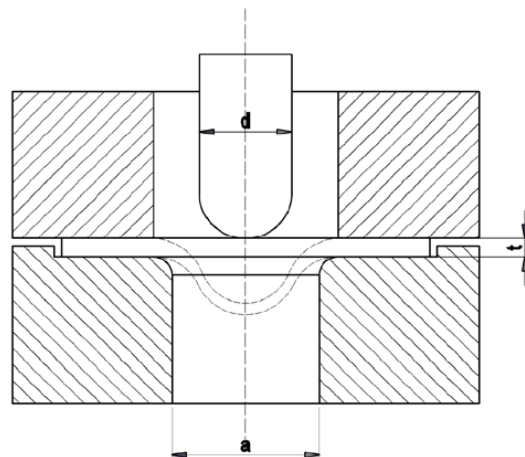


Figura 2.9 Corte transversal del dispositivo empleado para la realización de ensayos *Small Punch* [33]

En cuanto a dimensiones, el código de buena práctica [4], recomienda el empleo de punzones de 2.50 mm de diámetro y matrices con una perforación inferior de 3.80 -4.00 mm de diámetro. Esto es un aspecto importante del ensayo, ya que el tamaño del punzón regulará el tamaño del área de aplicación de cargas, y el diámetro de la perforación inferior regulará la zona del proceso del ensayo, con la consiguiente influencia en los resultados.

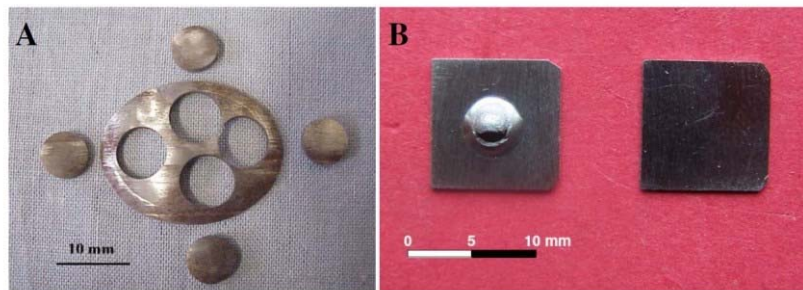
En cuanto a las probetas requeridas para el ensayo Small Punch, de manera general se pueden distinguir dos grandes grupos [33]:

- Probetas circulares de diámetro 3.00 mm y espesor 0.25 mm, coincidentes con las dimensiones de las muestras empleadas en el TEM (Microscopio Electrónico de Transmisión); se suelen emplear en el caso de punzón de 1.00 mm de diámetro y 1.50 mm de diámetro en la perforación de la matriz inferior.
- Probetas circulares o cuadradas, de 0.5 mm de espesor, empleadas con el punzón de diámetro 2.5 mm y diámetro de perforación de la matriz inferior de 4.00 mm.

De acuerdo al código europeo de buenas prácticas [4], se recomienda que las probetas sean circulares, con un diámetro de 8 mm y un espesor de 0.5 mm, para conseguir la

homogeneización de resultados. Ello implica que la mayoría de los grupos investigando estén adoptando esta geometría, de cara a homogeneizar resultados.

Hay que señalar en el caso de probetas de 0.5 mm de espesor que la forma circular de diámetro 8 mm o cuadrada de 10x10 mm de la sección de la probeta no va a afectar a los resultados de los ensayos, ya que la zona del proceso es la misma tanto en probetas circulares como cuadradas, al venir fijada por la perforación de la matriz inferior, permaneciendo el resto de la probeta empotrada.



Figuras 2.10 A) *Probetas Small Punch tipo disco* [4]; **B)** *Probetas Small Punch cuadradas* [33]

La mayor parte del trabajo desarrollado en las técnicas *Small Punch* trata sobre los ensayos destinados a la determinación de las propiedades de tracción y fractura de materiales metálicos al aire.

La secuencia a seguir para realizar un ensayo *Small Punch* convencional es la siguiente [14]:

- Colocación de la muestra en la matriz inferior: para garantizar que la probeta está correctamente colocada, la matriz inferior dispone de un rebaje en el cual la probeta encaja y quede fijada, con el fin de facilitar el proceso.
- Colocación de la matriz superior sobre la muestra, de tal forma que garantice el correcto empotramiento de la muestra en todo su contorno.
- Acoplamiento del utillaje a una máquina universal de ensayos mecánicos o a una máquina especialmente acondicionada para este fin.
- Descenso del punzón, con velocidades de desplazamiento recomendadas entre 0.2 y 2 mm/min [15].

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

- Finalización del ensayo. El ensayo finalizará con la rotura de la probeta o al alcanzar un descenso correspondiente al 20% de la carga máxima ejercida [15].

Durante todo el proceso se debe realizar un registro continuo de todas las variables que influyen en el ensayo, destacando dos aspectos:

- El desplazamiento del punzón o deflexión de la probeta, ya sea obtenido mediante un comparador (LVDT) bajo la probeta o bien mediante un extensómetro (COD) externo que esté unido a una parte fija de la máquina y a una parte móvil (Figura 2.11).
- La fuerza ejercida por el punzón sobre la probeta, mediante una célula de carga.

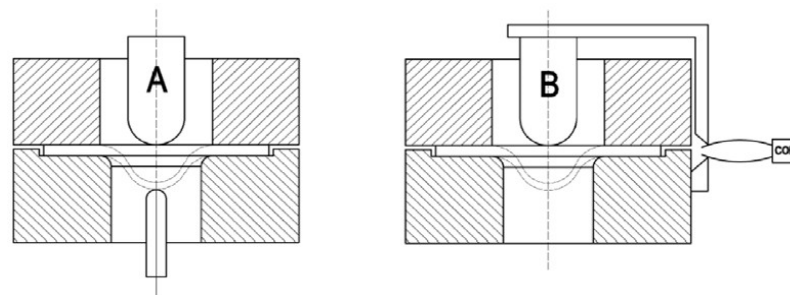


Figura 2.11 Esquema de la colocación de sistemas de medida del desplazamiento de la probeta. **A)** LVDT bajo punta central de la probeta; **B)** COD externo [33]

En un ensayo convencional *Small Punch*, el resultado inmediato que obtenemos es el constituido por la curva Carga-Desplazamiento registrada durante la prueba. Este gráfico resulta esencial para la estimación de las propiedades del material a partir de los parámetros que se derivan de ella.

Los parámetros más importantes que se obtienen son [33]:

- P_y : carga de ensayo que marca el tránsito entre las condiciones elásticas y las condiciones plásticas.
- P_{II-III} : carga de tránsito de las condiciones de comportamiento.
- $P_{máx}$: carga máxima registrada en el transcurso del ensayo.
- $D_{máx}$: desplazamiento correspondiente a la carga máxima del ensayo.

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

- *ESP*: energía hasta carga máxima, o hasta final del ensayo, calculada como el área contenida bajo la curva hasta dicho punto.

En un caso general, ensayando un material metálico relativamente dúctil a temperatura ambiente o superior, la curva presentará una morfología similar a la mostrada en la Figura 2.12.

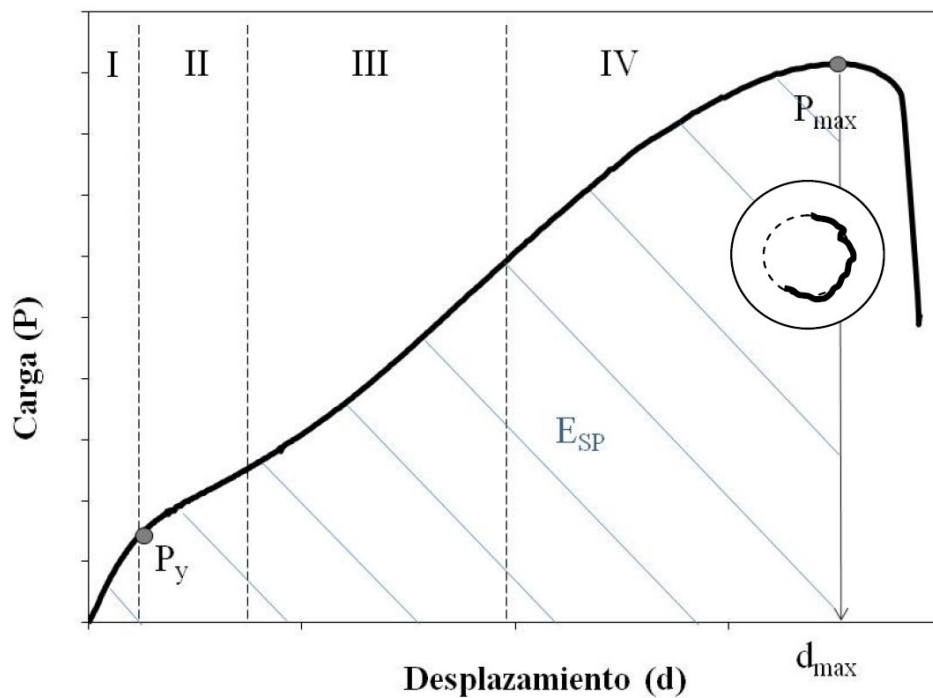


Figura 2.12 Curva característica de un ensayo Small Punch para un material dúctil [33]

En la gráfica de la figura 2.12 se pueden distinguir de una manera clara varias regiones de comportamiento [34,35]:

- Zona I: región de comportamiento eminentemente elástico debido a la flexión como placa de la probeta (*Elastic bending*).
- Zona II: región donde la probeta comienza a sufrir deformaciones plásticas, consecuencia de su comportamiento como placa (*Plastic bending*).
- Zona III: el adelgazamiento de la muestra y el elevado grado de deformaciones hacen que la muestra se comporte como membrana (*Membrane stretching*).

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

- Zona IV: se produce la inestabilidad plástica, que tras un adelgazamiento localizado en una región anular (equivalente a la estricción en un ensayo de tracción uniaxial), conduce a la rotura de la probeta.

En el caso de ensayar materiales frágiles, ya sean metales sometidos a bajas temperaturas o a altos niveles de radiación neutrónica, se obtendrá una curva similar a la mostrada en la Figura 2.13.

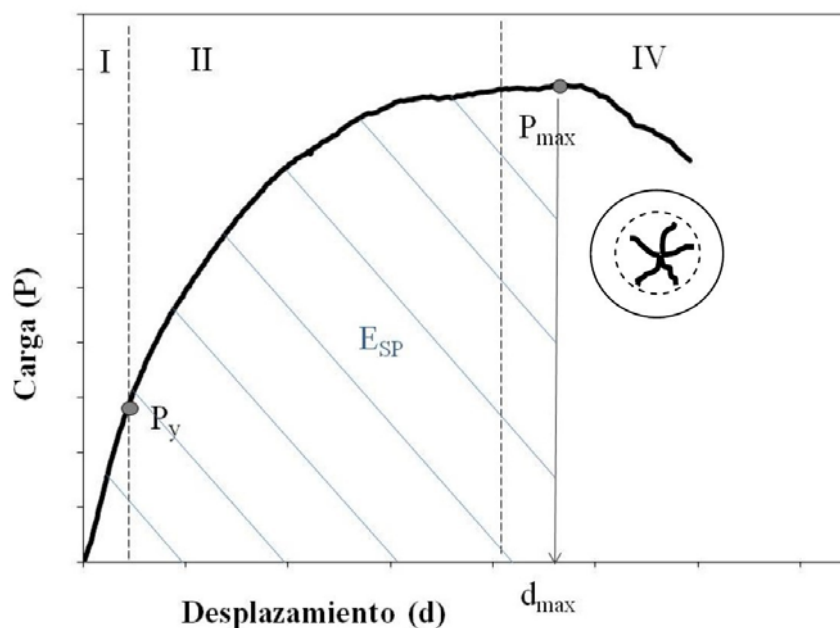


Figura 2.13 Curva característica de un ensayo Small Punch para un material frágil [33]

La curva de la figura 4.5 se diferencia de la curva obtenida al ensayar materiales dúctiles en la ausencia de la zona III, correspondiente al comportamiento de membrana; siendo iguales en el resto de tramos. Por ello en estos casos $P_{\max} = \text{PII-III}$.

A la vista de la morfología característica de la rotura de probetas *Small Punch*, permite conocer qué tipo de material se está analizando [36]:

- En el caso de materiales dúctiles, la rotura esperada es una fisura sensiblemente circunferencial, alrededor de la zona central (figura 2.12).
- En el caso de materiales frágiles, aparecerán fisuras en la probeta siguiendo un patrón de estrella, emanando del centro de la muestra (figura 2.13).

2.2.3 Determinación de las propiedades de tracción mediante ensayos Small Punch

Las expresiones empíricas más populares para la determinación de las propiedades de tracción a partir de ensayos *Small Punch* son las propuestas por Mao [37], que se reflejan en las ecuaciones 2.1 y 2.2.

$$S_y = 360 \cdot P_y / t_0^2 \quad (2.1)$$

$$S_u = 130 \cdot P_{m\acute{a}x} / t_0^2 - 320 \quad (2.2)$$

Siendo:

- S_y : límite elástico del material.
- P_y : carga de tránsito entre comportamiento elástico y plástico (KN).
- t_0 : espesor inicial de la muestra (mm).
- S_u : resistencia a tracción del material.
- $P_{m\acute{a}x}$: valor de la carga máxima.

Como la práctica totalidad de las correlaciones empíricas entre los resultados del ensayo *Small Punch* y las propiedades de tracción de materiales metálicos, las expresiones propuestas por Mao asumen que existe una relación clara entre el valor de la carga de tránsito entre el comportamiento elástico y el plástico, el límite del material, el espesor inicial de la probeta, la resistencia a tracción del material y la carga máxima [33].

Una correlación empírica popular, descubierta en los últimos tiempos, que presenta resultados bastante satisfactorios es la desarrollada por Lacalle [33], que se refleja en las ecuaciones 2.3 y 2.4.

$$S_y = 5.75 \cdot P_y \quad (2.3)$$

$$S_u = 0.74 \cdot P_{II-III} + 0.17 \cdot P_{m\acute{a}x} \quad (2.4)$$

En los casos de rotura frágil donde no exista comportamiento de membrana, y por ello $P_{m\acute{a}x} = P_{II-III}$ se presenta en la ecuación 2.5.

$$S_u = 0.91 \cdot P_{\text{máx}} \quad (2.5)$$

Algunas otras propuestas se basan en la teoría elástica de placas, según la cual la máxima tensión en una placa circular empotrada en todo su contorno se encuentra en el centro de la misma, en su superficie inferior. Para calcular su valor, se aplica la ecuación 2.6 de Timoshenko [38]:

$$\sigma = \frac{3 \cdot P}{2\pi \cdot t_0^2} \quad (2.6)$$

Siendo:

- σ : tensión en la placa circular.
- P : carga vertical centrada que actúa sobre la placa.
- t_0 : espesor de la placa.

Si se compara el comportamiento de la probeta *Small Punch* justo en el momento en que comienza la plastificación como placa, y se sustituye la tensión por el límite elástico del material, se comprueba cómo, la fórmula empírica propuesta por Mao mantiene la estructura obtenida analíticamente, incluyendo un término de ajuste experimental; se comprueba que este tipo de formulaciones también contiene una base analítica, aparte de la empírica [33].

Existen otras formulaciones, no empíricas sino basadas en la simulaciones por elementos finitos y redes neuronales, para la caracterización a tracción de materiales, pero al no ser objetivo de este trabajo, no se contemplarán aquí.

Finalmente, el borrador de la futura norma europea [4], propone las formulaciones siguientes:

$$R_{p0.2} = \beta_{rp0.2} \cdot F_e / h_0^2 \quad (2.7)$$

$$R_m = \beta_{rm} \cdot F_i / h_0^2 \quad (2.8)$$

Siendo:

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

- F_e : Fuerza definida según la intersección de las tangentes a los tramos iniciales e intermedio de la curva fuerza vs desplazamiento del punzón o fuerza vs descenso cara inferior de la probeta, según se indica en la Figura 2.14.
- F_i : Fuerza definida por el punto de inflexión principal de la curva fuerza vs desplazamiento del punzón o fuerza vs descenso cara inferior de la probeta, según se indica en la Figura 2.14.
- h_0 : espesor de la probeta.
- $\beta_{rp0.2}$ y β_{rm} : Coeficientes según la Tabla 2.2.

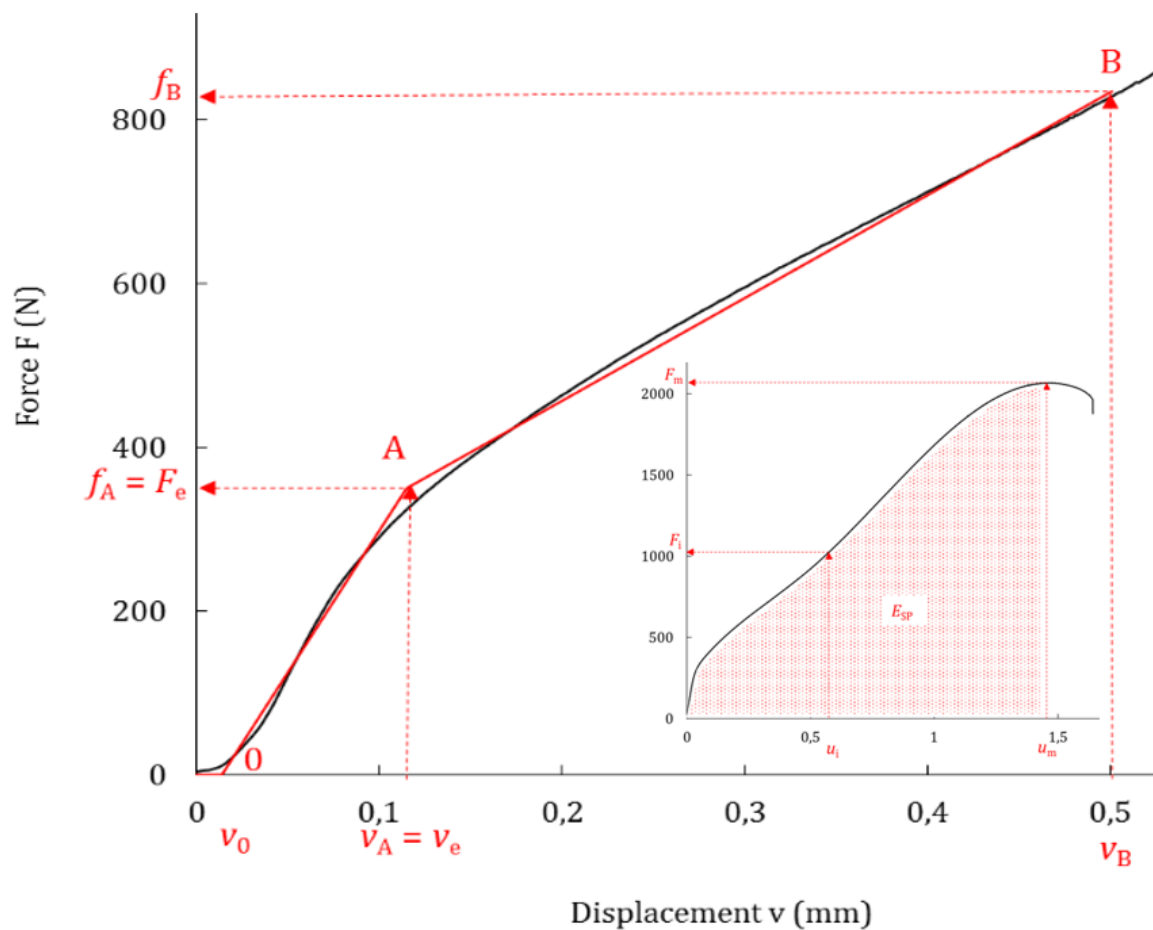


Figura 2.14 *Determinación de los puntos principales de la curva SPT [4]*

Tabla 2.2 Coeficientes del borrador de norma europeo SPT para la determinación de los principales parámetros en tracción [4]

Geometry	r (mm)	D (mm)	Lower die edge type	h_0 (mm)	Curve type	$u_3 v_3$ (mm)	β_{RM}
Standard	1,25	4,0	Chamfer 0,2 x 45°	0,5	$F(u)$	0,552 (u)	0,192
Standard	1,25	4,0	Chamfer 0,2 x 45°	0,5	$F(v)$	0,645 (v)	0,179
Miniature	0,5	1,75	Chamfer 0,2 x 45°	0,25	$F(u)$	0,282 (u)	0,205
Miniature	0,5	1,75	Chamfer 0,2 x 45°	0,25	$F(v)$	0,320 (v)	0,197

Geometry	r (mm)	D (mm)	Die edge type	h_0 (mm)	Curve type	$\beta_{Rp0.2}$
Standard	1,25	4,0	Chamfer 0,2 x 45°	0,5	$F(u)$	0,510
Standard	1,25	4,0	Chamfer 0,2 x 45°	0,5	$F(v)$	0,479

2.2.4 Determinación de la tenacidad a fractura mediante ensayos Small Punch

En las últimas décadas, otra de las principales aplicaciones del ensayo *Small Punch* ha sido la determinación de la tenacidad a fractura, empleado en muchos casos en la determinación de las propiedades residuales de componentes sometidos a irradiación neutrónica o a envejecimiento térmico.

Nuevamente, puede hacerse una distinción de las diferentes aproximaciones existentes en base a las técnicas empleadas en tres grupos:

- Correlaciones empíricas. Un gran número de ellas están basadas en la temperatura de transición dúctil-frágil obtenida mediante el ensayo Charpy, correlacionada con la obtenida mediante ensayos Small Punch efectuados a diferentes temperaturas.
- Métodos basados en simulaciones por elementos finitos. Esta técnica es un tanto indirecta, en primer lugar, deben llevarse a cabo los ensayos Small Punch, que son posteriormente simulados para obtener las propiedades mecánicas básicas, y con los resultados obtenidos simular un ensayo de fractura convencional, que será el que conduzca al resultado de la tenacidad a fractura.
- Métodos analíticos. El desarrollo de estas metodologías, en auge actualmente, requiere el empleo de probetas Small Punch modificadas mediante defectos de tipo entalla [33] como los mostrados en la Figura 4.6.

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

Las formulaciones clásicas de mecánica de la fractura requieren, como condición necesaria para su aplicación, de la presencia de un defecto tipo grieta en la muestra.

Aunque en los ensayos *Small Punch* aparezcan fisuras a lo largo del proceso, estas no son válidas para este fin, pues no suelen responder a patrones conocidos y son difícilmente caracterizables, lo que vuelve imposible la aplicación de las formulaciones antes citadas.

Debido a este motivo, varios autores han propuesto la utilización de probetas *Small Punch* con un defecto inicial que permita controlar la fisura, y por lo tanto, aplicar las formulaciones clásicas, tal como se puede ver en la figura 4.6.

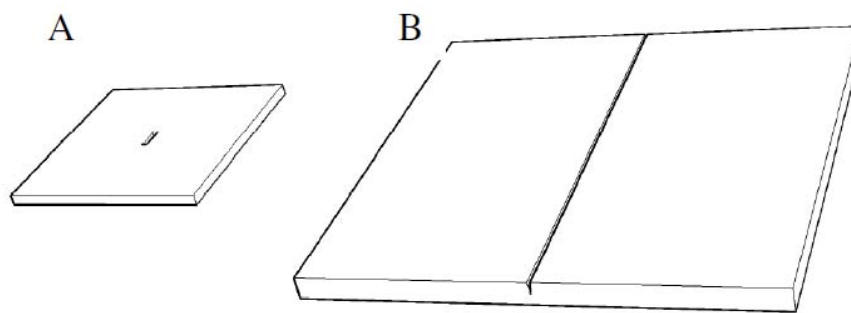


Figura 2.15 Probetas *Small Punch* modificadas [33]

De entre las diversas propuestas, puede destacarse la dada a conocer por la Lacalle durante la década de los 2010's, que consiste en una correlación empírica obtenida a partir del empleo de probetas SPT modificadas mediante la introducción de una entalla lateral pasante. De este modo, los defectos en las probetas pueden orientarse para obtener las propiedades en la dirección deseada.

La metodología se basa en el concepto de CTOD (crack tip opening displacement) [33], según el cual las grietas presentes en un material metálico desarrollan cierto grado de deformación plástica en su frene antes de comenzar la propagación, traducándose éste en un enromamiento en la punta. A partir de esto, Lacalle demuestra y recoge en el ábaco de la Figura 2.16, que el valor del CTOD puede ser establecido geoméricamente en función del desplazamiento del punzón, y la longitud de entalla utilizada, en cualquier

punto del ensayo. Una vez conocido el valor de CTOD crítico, éste puede ser expresado en términos de otros parámetros para medir la tenacidad a fractura del material, tales como K_{IC} , J_{IC} , K_{JC} , etc.

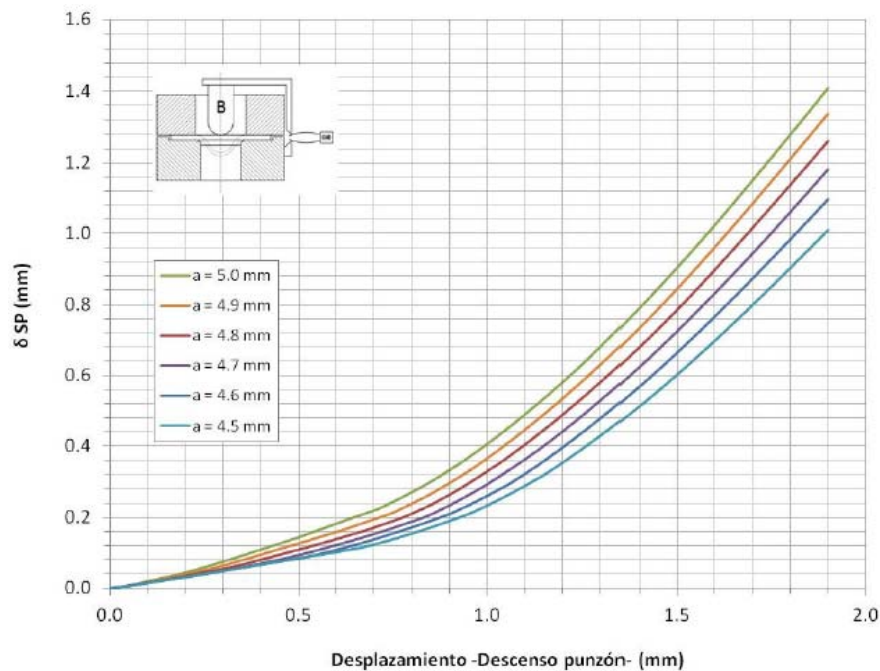


Figura 2.16 Relación entre el desplazamiento del punzón durante el ensayo y el valor del parámetro CTOD obtenido mediante ensayos Small Punch, δ_{SP} . [33]

También se propone en [33] la determinación del desplazamiento del punzón en el momento de iniciación de la propagación (ver Figura 2.17). Experimentalmente se ha comprobado cómo se produce una discontinuidad en el entorno del punto de carga máxima del registro fuerza-desplazamiento, coincidente con la iniciación del agrietamiento (ver Figura 2.18). Por ello será dicho desplazamiento el que provoque el CTOD de iniciación para la geometría de entalla elegida.



Figura 2.17 Evolución del enroscamiento en el fondo de la fisura durante un ensayo hasta el inicio de su propagación [33]

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

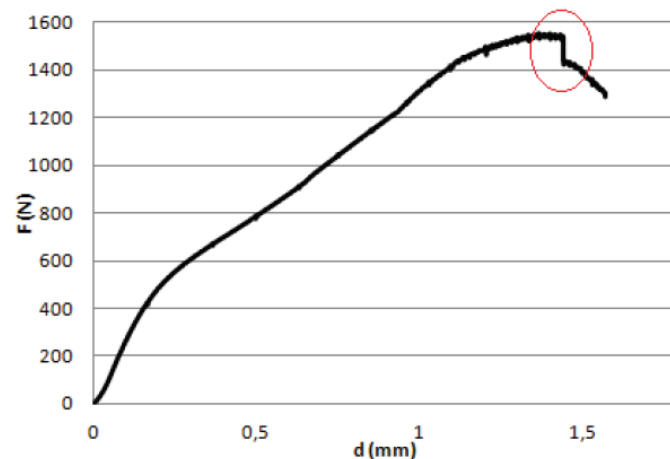


Figura 2.18 Identificación de la discontinuidad cercana al máximo que se corresponde con el inicio de la propagación de grieta en las probetas Small Punch con entalla lateral pasante, según la metodología propuesta por Lacalle [33]

Debe tenerse en cuenta que, los trabajos de Lacalle fueron llevados a cabo para el caso de una entalla lateral pasante de 0.3 mm de anchura y frente semicircular, de longitudes comprendidas entre 4.5 y 5 mm, mecanizada por electro erosión por hilo en probeta cuadrada de 10 mm de lado y 0.5 mm de espesor. Por ello la validez del procedimiento propuesto se reduce a este abanico de geometrías, ya que el ábaco propuesto en la Figura 2.16 ha sido generado por elementos finitos únicamente para ellas.

En la Figura 2.19 se esquematiza la metodología para la estimación propuestas por Lacalle.

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

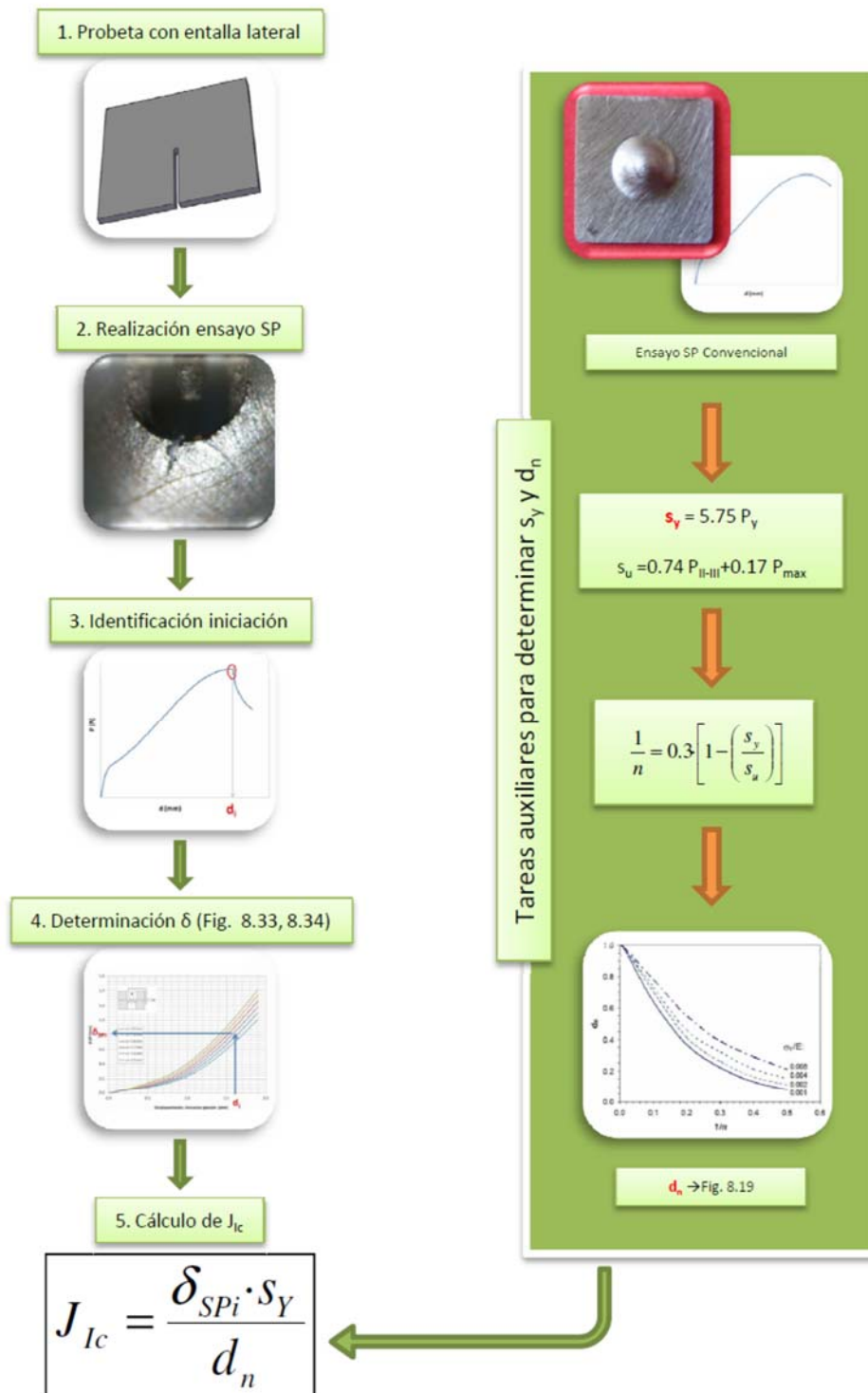


Figura 2.19 Esquema de la metodología propuesta por Lacalle para la estimación de la tenacidad a fractura mediante el empleo de probetas con entalla lateral pasante [33]

La aplicación de la metodología de Lacalle conlleva los siguientes pasos:

- Primeramente, se lleva a cabo el ensayo Small Punch sobre probeta con entalla lateral pasante, obteniendo el ensayo fuerza-desplazamiento del mismo.
- En segundo lugar, se identifica la iniciación mediante la localización del quiebro en la zona cercana a la carga máxima, y se toma el valor de desplazamiento del punzón correspondiente.
- Finalmente, mediante el ábaco de la Figura 2.16 se obtiene el valor del parámetro CTOD de iniciación correspondiente, δ_{SPI} , obteniendo así ya un parámetro de fractura.

Si el resultado obtenido se desea expresar en términos de J, el método también propone la forma de llevarlo a cabo; aunque para estos menesteres es necesario conocer las propiedades en tracción del material, o al menos poderlas estimar. Para ello Lacalle propone seguir los siguientes pasos:

- En primer lugar, deben conocerse o estimarse el límite elástico del material, S_y , y el coeficiente de endurecimiento, n . Para ello puede ser empleado un ensayo Small Punch convencional sobre probeta sin entalla de acuerdo a las metodologías expuestas anteriormente, de cara la obtención del límite elástico, S_y , y la resistencia a tracción, S_u . El coeficiente de endurecimiento, n , puede calcularse mediante la expresión 2.9 propuesta por [33].

$$\frac{1}{n} = 0.3 \cdot \left[1 - \frac{S_y}{S_u} \right] \quad (2.9)$$

- Seguidamente, [17] propone el uso de la expresión 2.10, propuesta por [33], para convertir el resultado anterior a términos de tenacidad de iniciación J_{IC} , donde el parámetro d_n se obtiene de la Figura 2.20.

$$J_{Ic} = \frac{\delta_{SPi} \cdot S_y}{d_n} \quad (2.10)$$

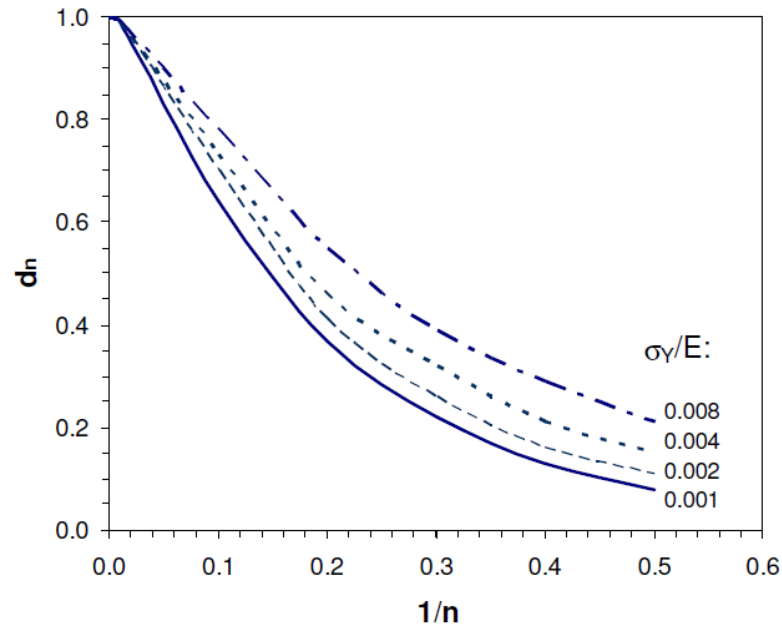


Figura 2.20 Estimación en tensión plana del parámetro d_n en base a las propiedades en tracción del material [33]

El borrador de norma europea SPT recoge también la determinación de las propiedades en fractura, mediante el empleo de probetas que incluyen, al igual que las propuestas por Lacalle, la introducción de una entalla lateral pasante mecanizada mediante electroerosión por hilo, tal como muestra la Figura 2.21.

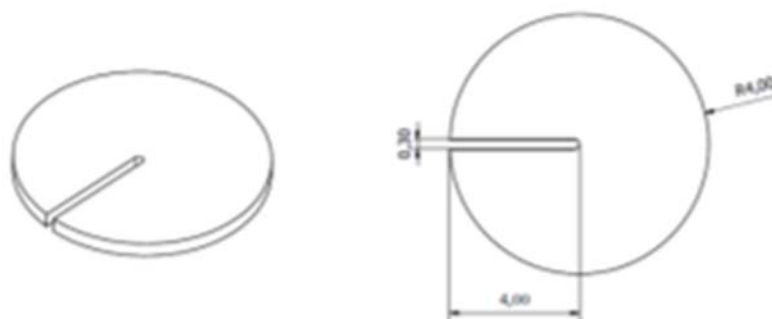


Figura 2.21 Estimación en tensión plana del parámetro d_n en base a las propiedades en tracción del material [33]

2.2.5 Técnicas SPT para evaluar la fragilización por hidrógeno

A lo largo de la historia ha habido muy pocas incursiones de los ensayos Small Punch en este tipo de aplicaciones frente a fenómenos ambientales adversos.

Con las primeras investigaciones [28], se evaluó la susceptibilidad a Corrosión Bajo Tensión de aceros inoxidables nanocristalizados mediante ensayos Small Punch. Para producir la nanocristalización se aplica un tratamiento de erosión mecánica de la superficie que puede mejorar la dureza y el límite elástico del material, mientras reduce la ductilidad del mismo.

En [6], se desarrolló la metodología para estudiar la fragilización por hidrógeno en aceros mediante los ensayos Small Punch. La fragilización por hidrógeno es un proceso por el cual las propiedades mecánicas de los metales son degradadas. El mecanismo por el cual el hidrógeno produce daño en los metales aun es desconocido.

Mediante este ensayo se demuestra la fiabilidad del Small Punch para clasificar la fragilización por hidrógeno en metales, siendo efectivo cuando se pone en contacto la muestra con el electrolito.

Además se descubre que se obtiene una mayor fragilización cuando se carga la probeta de hidrógeno durante el ensayo, que el desplazamiento y la energía van ligados a la ductilidad y espesor de la muestra y que un metal soldado es más susceptible a fragilización por hidrógeno que uno base por su alto límite elástico y tensión de rotura.

En [39], se estudia la energía para el inicio de daños por fragilización mediante SPT, demostrándose que K y la energía necesaria para el inicio de daños están relacionados cualitativamente, disminuyen con un ambiente más agresivo y aumentan con uno menos agresivo.

En [39] se analizó la capacidad para evaluar la respuesta de aceros de alta resistencia por CBT o HIC, descubriéndose que además de la fragilización por hidrógeno, la CBT también degrada las propiedades mecánicas de los metales, SPT caracteriza los metales

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

en los distintos escenarios de fragilización por hidrógeno y además, muestra el efecto del ambiente en el material y la variación de cargas.

La fragilización por hidrógeno es un proceso de degradación de las propiedades mecánicas de los aceros. Su estudio es muy importante en el caso de equipamientos expuestos a condiciones agresivas, como recipientes o tuberías empleadas en industria energética, plataformas off-shore o vehículos con pilas de hidrógeno. Es un problema que debe también ser tenido en cuenta durante el proceso de fabricación, puesto que el hidrógeno puede ser introducido durante procesos de soldeo o de recubrimiento electrolítico.

No obstante, algunos autores han estudiado la fragilización por hidrógeno empleando técnicas SPT. Entre ellas pueden destacarse las técnicas estudiadas por Arroyo [40] donde, se estudian las siguientes probetas:

- Probetas pre-fragilizadas y ensayadas al aire: Precargó probetas en hidrógeno empleando medios electrolíticos bajo sistemas de protección catódica y carga catódica en hidrógeno durante un tiempo de 2 horas, para ser inmediatamente extraídas, secadas y ensayadas. Empleó dos velocidades de punzón: una comúnmente empleada de 0.01 mm/s, y otra 5 veces menor de 0.002 mm/s para ver su efecto en los resultados.
- Probetas sumergidas con carga de hidrógeno en continuo: Precargó probetas en hidrógeno durante 2 horas, para ser posteriormente ensayadas en las mismas condiciones que las anteriores, pero permanentemente inmersas durante el ensayo, de cara a asegurar una carga de hidrógeno constante. Utilizó las mismas velocidades que en el caso anterior, 0.01 mm/s y 0.002 mm/s, para estudiar el efecto de la sumersión.
- Probetas sumergidas bajo carga estática: Precargó las probetas en hidrógeno durante un tiempo de 2 horas, para llevar a cabo su posterior ensayo mediante la liberación de una carga constante, permitiendo la deformación de la probeta hasta su rotura por el efecto de la misma en unas condiciones estacionarias de difusión de hidrógeno en su red; de este modo se proporciona el tiempo

necesario para que el hidrógeno cause todo su efecto en las nuevas superficies creadas en los agrietamientos.

A partir de las técnicas anteriores, este autor, estudió el comportamiento de aceros de alta y media resistencia en condiciones de HIC mediante el uso de ensayos Small Punch en base a los procedimientos de análisis que serán descritos a continuación.

Este autor concluyó que la técnica más eficaz, ya que permitía todo el poder fragilizante del hidrógeno para gobernar el medio, era la de fragilizar probetas SPT para ensayarlas posteriormente bajo carga estática. Al igual que sucede con los ensayos normalizados, atendiendo a la rotura de la probeta tras un tiempo determinado, o ya bien a la determinación de la carga umbral cuando no se produzca el fallo tras un cierto tiempo, o ya bien nunca. En este trabajo se concluyó que el fallo de la probeta tiene lugar debido a la interacción de una fisuración primaria, junto con otra secundaria en el espesor de la probeta, las cuales van provocando una variación de la flexibilidad de la probeta hasta que el sistema es incapaz de soportar el peso impuesto por el punzón la fuerza actuante sobre él y colapsa, tal como se presenta en un ensayo interrumpido en la Figura 2.22.

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

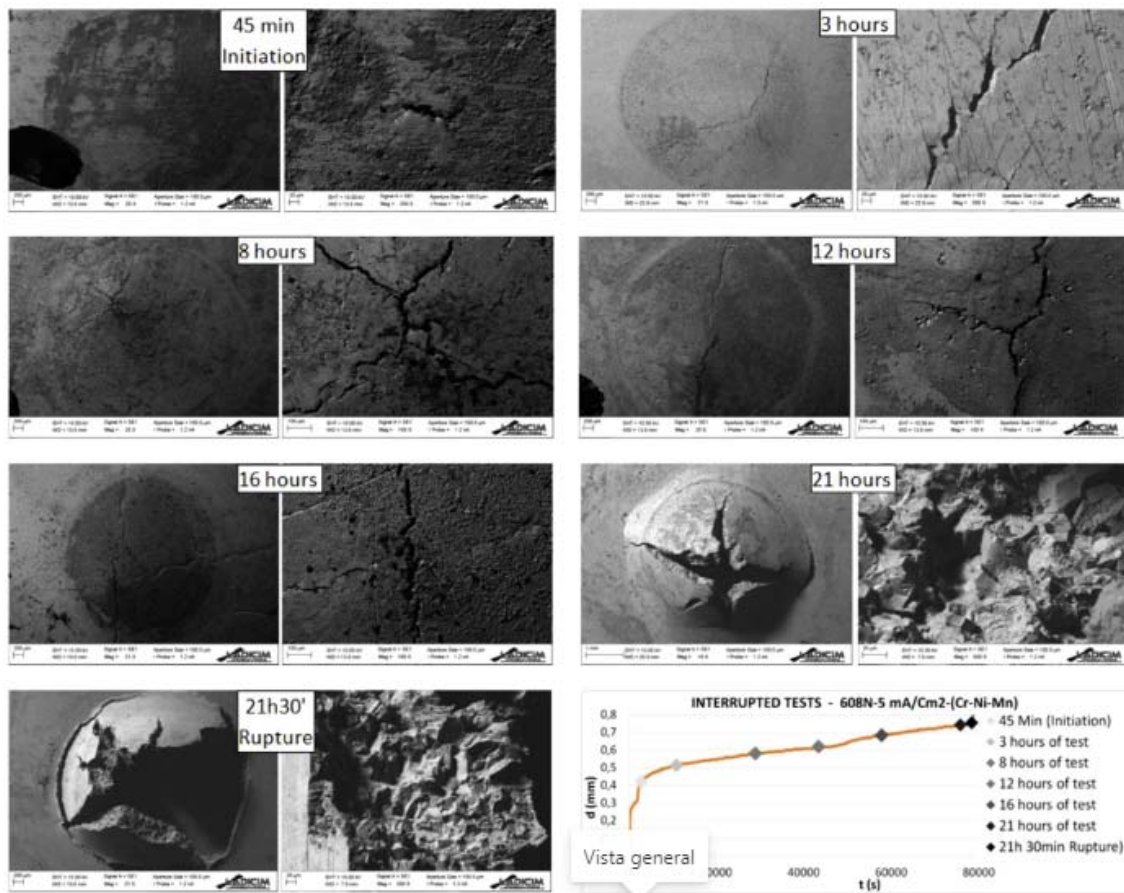


Figura 2.22 Ensayo SPT bajo carga estática interrumpido. [8]

De esta forma, Arroyo propone fijar un ambiente e ir realizando ensayos Small Punch bajo cargas estáticas decrecientes, mientras se registra el desplazamiento sufrido por el punzón frente al tiempo. Al disminuir la carga sobre la probeta, se llegará a una situación donde la sollicitación impuesta por esta no tendrá la entidad suficiente para provocar la propagación de grieta en dicho ambiente, pudiendo ser tomada como la condición límite.

Dicha situación de no propagación de grieta, será detectada por la permanencia del punzón inmóvil a lo largo del tiempo tras el desplazamiento primario provocado por la indentación y asentamiento del punzón sobre la probeta (zona I), es decir, por una horizontalidad de la curva en la zona II.

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

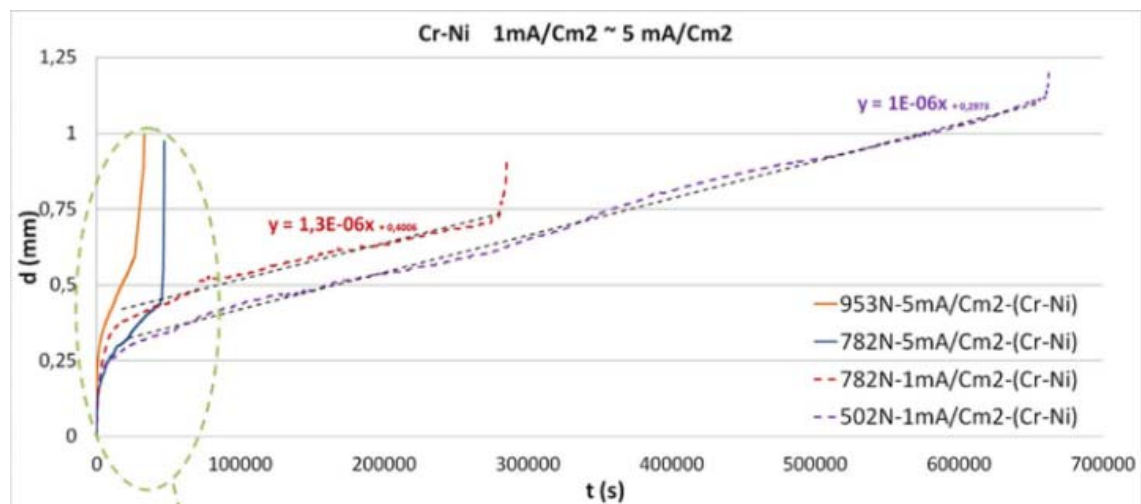
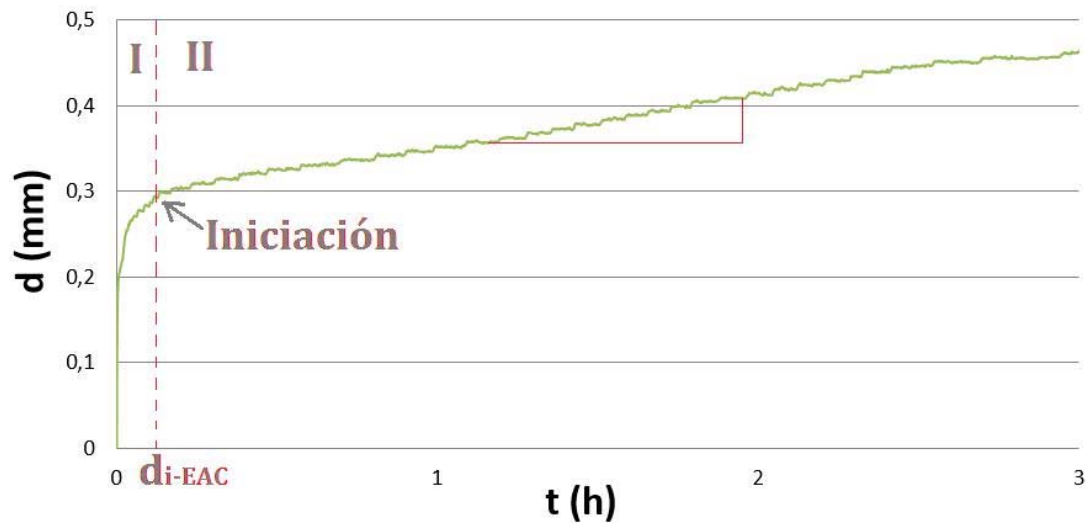


Figura 2.23 Superior: Identificación de la iniciación de la propagación de grieta en los ensayos Small Punch bajo carga estática en ambiente con probetas entalladas. Inferior: Familia de ensayos SPT bajo diferentes cargas estáticas en un mismo ambiente.

3. Materiales y metodología experimental

3.1 Materiales seleccionados

Se emplean dos aceros de media y alta resistencia que se saben susceptibles de sufrir fragilización por hidrógeno.

Por un lado el X80, empleado en instalaciones de transporte a baja temperatura de gas y petróleo (industria oil and gas). Presenta una microestructura ferrítico-perlítica, con un tamaño de grano entre 5 y 15 μm .

X80 es la referencia en la especificación de tubería API Spec 5L del American Petroleum Institute. X representa el acero de tubería en el estándar API Spec 5L, 80 es el grado de resistencia en kpsi lo cual quiere decir que presenta un límite elástico mínimo de 80 kpsi, que transformado al sistema internacional equivale aproximadamente a 555 MPa.

En la tabla 3.1 se muestra su composición química, así como en la tabla 3.2 sus principales propiedades mecánicas.

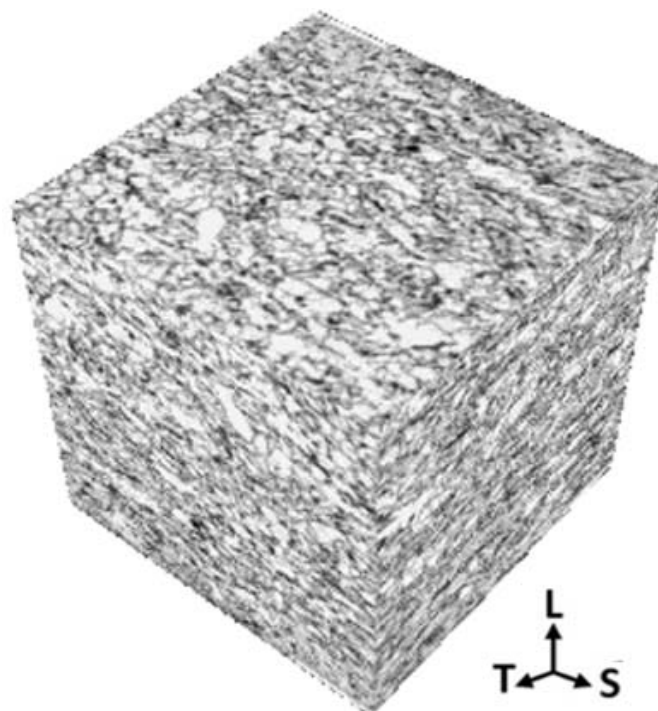


Figura 3.1 Microestructura correspondiente al acero X80.

Por otro lado, se realizan los mismos ensayos sobre un acero S420, usado comúnmente en recipientes a presión en general, estructuras off shore y centrales eléctricas. Ofrecen una buena soldabilidad con todos los métodos convencionales de soldadura y del mismo modo que el acero X80, presenta una microestructura ferritoperlítica, con un tamaño de grano entre 5 y 25 μm .

En la tabla 3.1 se muestra su composición química, así como en la tabla 3.2 sus principales propiedades mecánicas.

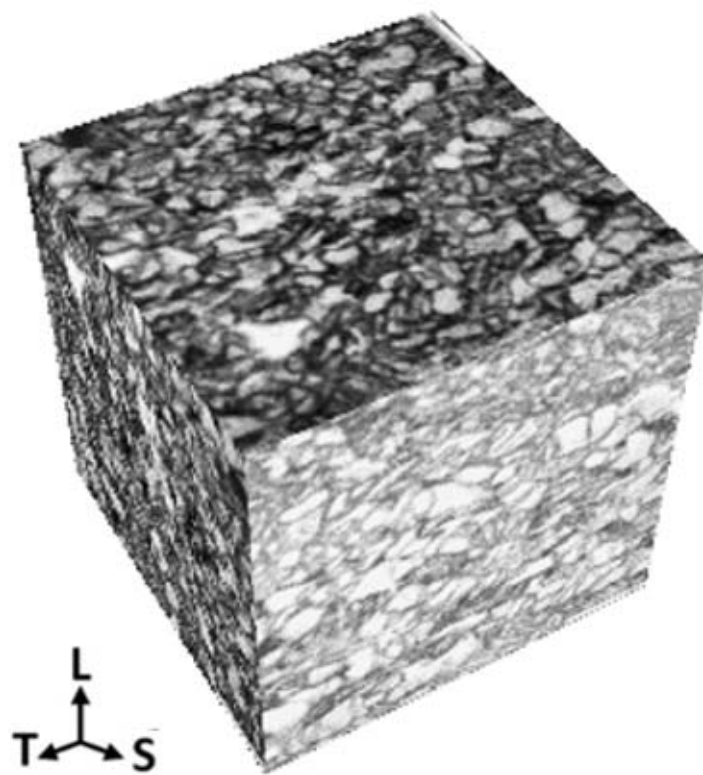


Figura 3.2 Microestructura correspondiente al acero S420.

Tabla 3.1 Composición química de los dos aceros analizados (% en peso)

	C	Si	S	P	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	Al	V	Ti	Nb
X80	0.07	0.18	<0.00	<0.00	1.83	0.03	-	0.15	0.02	0.03	-	-	0.03
S420	0.08	0.28	0.001	0.012	1.44	0.03	0.02	0.00	0.01	0.03	0.00	0.01	0.03

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

Tabla 3.2 *Propiedades mecánicas de los dos aceros analizados*

	<i>E (GPa)</i>	<i>σ_y (MPa)</i>	<i>σ_u (MPa)</i>	<i>ϵ (%)</i>	<i>HRC</i>
<i>X80</i>	209.9	621.3	692.9	29.6	33
<i>S420</i>	206.4	447.7	547.1	21.7	35

3.2 Ambientes fragilizantes

Como se comentó anteriormente, el efecto del medio ambiente en este tipo de aceros al trabajar en condiciones off shore combinado con sistemas de protección catódica o el contenido de sulfuro de hidrógeno en el ambiente, como por ejemplo en las tuberías de transporte de gas, resulta en un fenómeno de Fisuración inducida por el ambiente (FIA) y fragilización por hidrógeno (FH), que puede propiciar la degradación del acero y su colapso.

Es necesario, por tanto, simular estas condiciones agresivas de alto contenido en hidrógeno. Para ello se recurre a polarizar catódicamente las muestras, de manera que absorban un alto contenido en hidrógeno con el fin de acelerar el proceso corrosivo. Regulando la intensidad de corriente mediante la que se consigue la polarización, obtendremos distintos niveles de agresividad sobre el acero.

Para ello se necesitan:

- Electrodo de trabajo
- Contraelectrodo
- Electrodo de referencia

Los cuales serán, respectivamente; la muestra, una malla de platino, y un electrodo saturado de calomelanos (SCE).

El platino se emplea para aprovechar sus buenas propiedades de resistencia a la corrosión, mientras que el electrodo saturado de calomelanos es una disolución saturada de cloruro de potasio en agua. El electrodo está normalmente conectado por medio de una porcelana porosa a la disolución en la que está inmerso el otro electrodo. Este material poroso actúa como un puente salino.

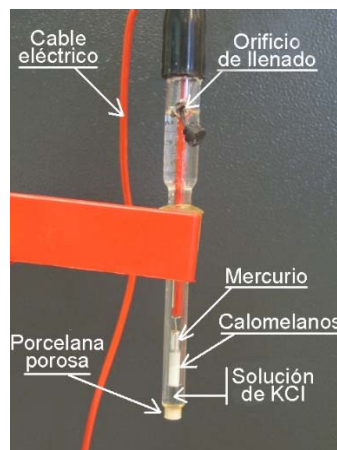


Figura 3.3 *Electrodo saturado de calomelanos (SCE).* [41]

Se definen los siguientes niveles de intensidad de corriente: 1, 5 y 10 mA/cm², que serán empleados en el presente trabajo. Asimismo, para la solución del electrolito ácido se recurre a la siguiente mezcla:

- Agua destilada (H₂O)
- 0.5 mol de ácido sulfúrico (H₂SO₄) por cada litro de H₂O
- 10mg de trióxido de arsénico (As₂O₃) por cada litro de disolución preparado mediante el método de Pressouyre [42]
- 10 gotas de Cs₂ por cada litro de disolución

Durante todos los ensayos se aseguró que la temperatura ambiente fuese de 20 ± 2°C y que el pH de la disolución estuviese comprendido entre 0.65 y 0.80.

Para lograr potenciar los mecanismos de fragilización por hidrógeno (HIC, HE) es necesario que la probeta absorba el mayor nivel de hidrógeno posible. Esto se consigue polarizando la probeta, haciendo que absorba los átomos de hidrógeno. No obstante, para evitar otros fenómenos asociados a la concentración de hidrógeno como depósitos de corrosión provocados por burbujas u hoyos, la solución se encuentra en continua recirculación mediante una bomba de impulsión, la cual introduce la mezcla por la parte inferior del dispositivo y la recoge desde la superficie. Todo ello se muestra en el siguiente esquema:

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

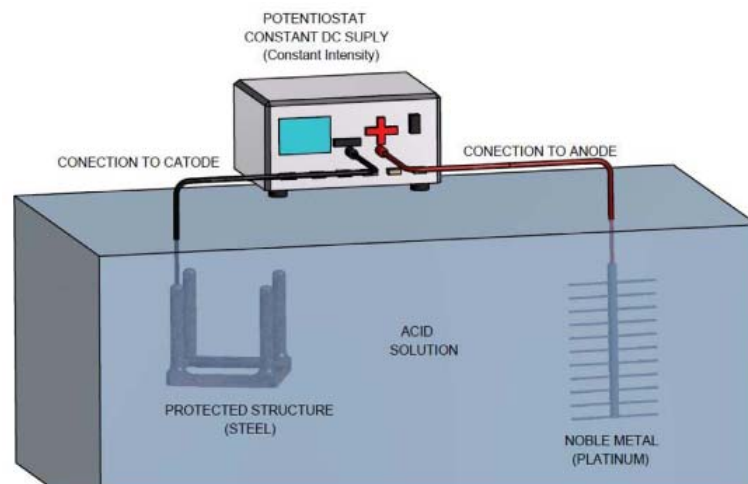


Figura 3.4 Esquema del sistema de polarización catódica. [8]

3.3 Ensayos de tracción por escalones según ASTM F1624

Con el objetivo de obtener la carga umbral (P_{th}) y su tensión umbral (σ_{th}), se realizaron ensayos sobre probetas cilíndricas de tracción según ASTM F1624 [3] para los aceros X80 y S420. La metodología empleada fue la explicada en el capítulo 2.1.3 de este documento.

Según [22], se mecanizaron de cada acero dos juegos de probetas de tracción cilíndricas de 6mm de diámetro con orientación TL, con la geometría mostrada en la figura 3.5.

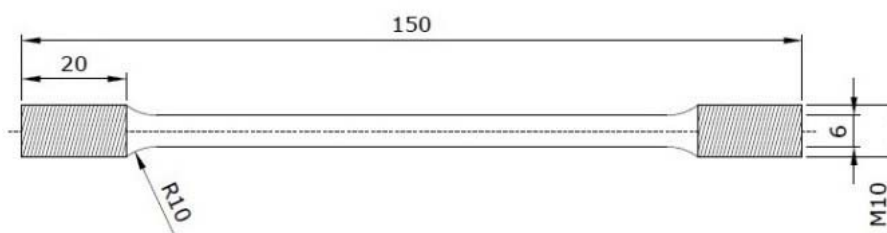


Figura 3.5 Geometría de las probetas empleadas en los ensayos según ASTM F1624 [3]

En este caso, el acero X80 presenta una dureza de 33 HRC, mientras que el S420, 35 HRC. Según esto, y siguiendo en todo momento los requerimientos de la ASTM F1624 que se explican en el capítulo 2.1.3, se aplican para ambos aceros 10 escalones iniciales de 2 horas de duración y otros 10 escalones finales de 4 horas, según el código 10/5/2.4 que les corresponde a ambos para esas durezas. Antes de los ensayos, cada probeta se somete a un periodo de absorción de hidrógeno de 24 horas, tiempo suficiente para tal objetivo según se recoge en [11].

Según las recomendaciones de [1], las probetas son colocadas en una celda electrolítica diseñada para que el fuste de la probeta se encuentre completamente sumergido en la solución acuosa, y está en continua recirculación con objeto de evitar otros efectos que no son de estudio en este caso (posos, corrosión...)

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

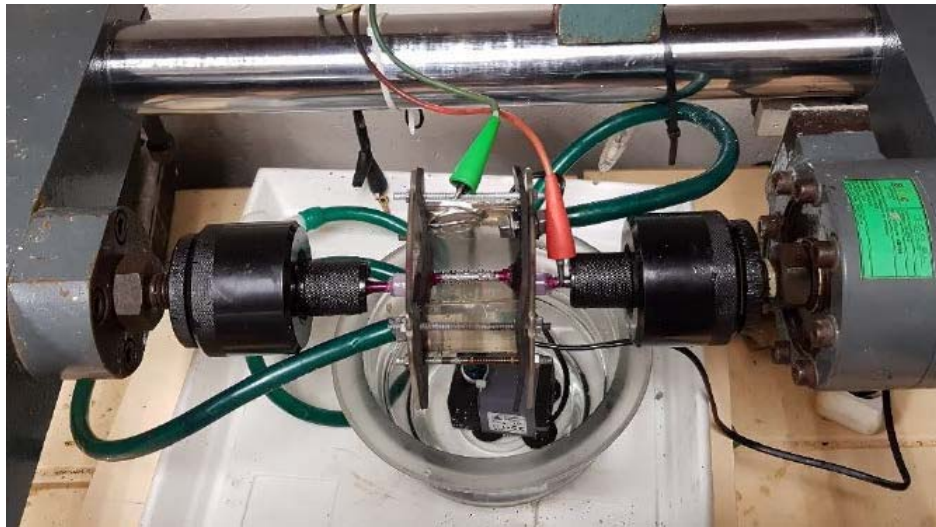


Figura 3.6 Vista general del montaje para la realización de ensayos según ASTM F1624 [3]

En los límites de la celda, por donde pasa la probeta al exterior para sujetarse en las mordazas de la máquina de ensayos, se tiene especial cuidado con el aislamiento eléctrico de la muestra, aplicándole un barniz aislante y un casquillo de plástico a modo de pasamuros para evitar pérdidas de solución acuosa.



Figura 3.7 Detalle del aislamiento realizado a las probetas según ASTM F1624 [3]

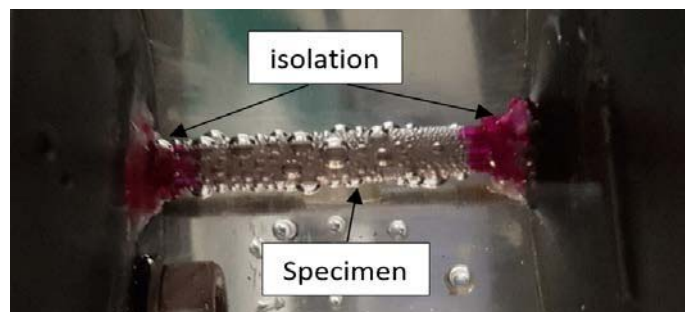


Figura 3.8 Detalle de la generación de hidrógeno en los ensayos según ASTM F1624 [3]

3.4 Propuesta de aplicación de la técnica de escalones al ensayo SPT

En este epígrafe se detalla cómo se implementa la técnica de los escalones de la norma ASTM F1624 a los ensayos Small Punch. Para ello se ha intentado preservar en la medida de lo posible la máxima fidelidad a la operativa de la norma ASTM F1624 [3] para probetas normalizadas, sin embargo, es necesario establecer una serie de propuestas de modificación a la misma, que son consecuencia de las características propias del ensayo SPT, y son:

- La carga de rotura rápida para los ensayos Small Punch se define como la carga máxima ($P_{Máx}$) alcanzada durante un ensayo Small Punch en condiciones al aire según el borrador de norma europea [4] a una velocidad de punzón de 0.01mm/s. La carga de transición de régimen elástico a plástico (P_y) se obtiene según la figura 3.9.

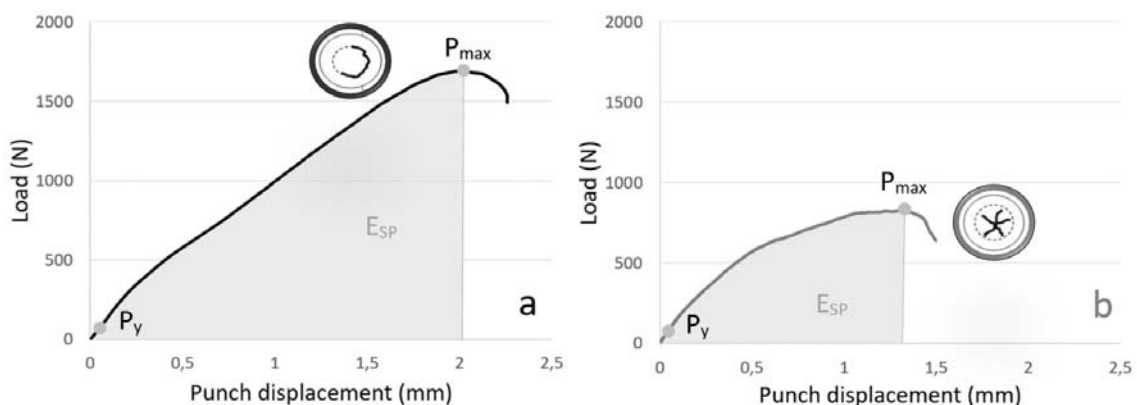


Figura 3.9 Obtención de P_y

- El tiempo de absorción de hidrógeno de las muestras, previo al ensayo, se estipula en 2 horas. En algunos ensayos del presente documento, por razones operativas, se empleó un tiempo superior, lo cual no tiene influencia alguna en los resultados.
- Los tiempos a los que se aplican los escalones de carga se reducen respecto a la norma de referencia ASTM F1624, en unas seis veces; como primera aproximación en base a las dimensiones y condiciones de difusión del hidrógeno en las probetas. Así, para el caso de los aceros empleados, con protocolo de

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

escalones 10/5/2.4, se estipularon 10 escalones iniciales de 20 minutos y 10 escalones finales de 40 minutos. Con estos tiempos se asegura que la difusión de hidrógeno en el espesor de la probeta es completa, e introduciéndola en la solución acuosa el día anterior, es posible realizar un ensayo completo en una jornada de trabajo.

Mediante corte y pulido, se obtiene un conjunto de probetas Small Punch de cada uno de los aceros, con una geometría de 10x10 mm y un espesor de 0,5 mm con un error admisible de 0,01mm. Este tipo de probeta está aceptado por varios autores [6-10] y es equivalente al de diámetro 8mm del que habla el borrador de la norma europea de Small Punch [4].

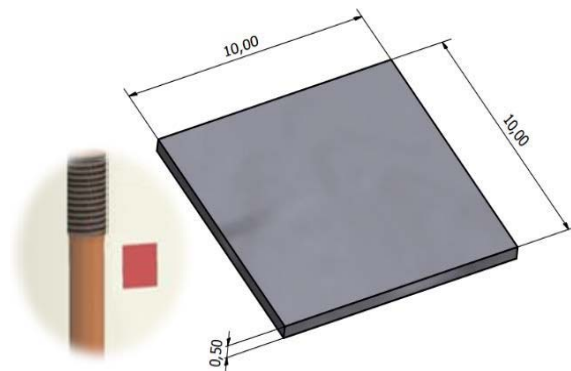


Figura 3.10 Dimensiones de la probeta Small Punch y su orientación según una probeta de tracción de ASTM F1624 [3]

Respecto a los útiles de ensayo, se empleó un punzón semiesférico de $\varnothing 2.5$ mm junto con una plantilla biselada a 45° con una zona de proceso de prueba de $\varnothing 4$ mm en todos los casos.

Como se indica en el borrador de la norma europea SPT [4], para caracterizar los materiales en orientación L, como es el caso de las probetas de tracción utilizadas como referencia en el presente trabajo, el espesor de las muestras SPT se orientó perpendicularmente a la dirección del eje de las probetas de tracción, como se muestra en la Figura 3.10. Esto significa que la sección transversal de las probetas está contenida en el plano LT, y las tensiones durante el punzonado se desarrollarán en las direcciones

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

L y T. Por lo tanto, en casos de una anisotropía importante entre las direcciones L y T, si la dirección T es la más débil, causará la falla de la muestra del SPT, lo que resultará en un comportamiento mecánico de tracción en la dirección no representativa y luego no comparable con la prueba de tracción de referencia realizada. La cuestión anterior no está presente en los aceros empleados en este trabajo, pero esta limitación intrínseca del ensayo Small Punch debe tenerse en cuenta en caso de alta anisotropía, para no obtener resultados inexactos o erróneos al aplicar la metodología propuesta.

3.5 Diseño y puesta a punto de dispositivo experimental

Es necesario diseñar y construir un dispositivo y utillajes específicos para poder realizar estos ensayos en la solución acuosa fácilmente.

Previamente, ya existía un dispositivo experimental de bajo coste que se fabricó con el objetivo de demostrar la viabilidad del ensayo, el cual se muestra en la Figura 3.11. Con él se realizaron las primeras pruebas de laboratorio y se empezó a recabar información, tanto del ensayo como del propio dispositivo. Esta información permitió ir diseñando el actual dispositivo según las carencias que se iban encontrando en la versión inicial.



Figura 3.11 *Montaje del dispositivo inicial de pruebas*

La base es a grandes rasgos la de los útiles empleados en el ensayo Small Punch recomendados por el borrador de norma europea SPT (Figura 3.12), con la particularidad de que se debe contener y recircular un líquido, y que este además es corrosivo, además de tener presente una corriente eléctrica.

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

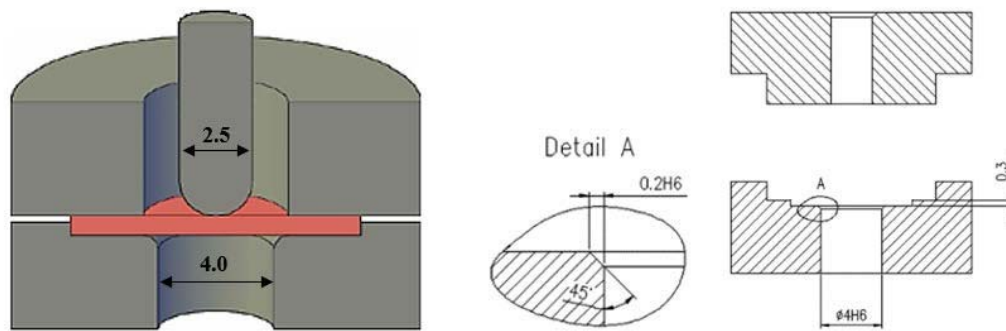


Figura 3.12 Esquema de las matrices SPT empleados en los trabajos [4,33]

Se recurre al ABS mediante impresión 3D como solución para el diseño de dos matrices entre las que se coloca la probeta, por sus buenas propiedades contra la corrosión y su alto aislamiento eléctrico. Para transmitir la carga a través de esta matriz, se mecaniza un punzón, esta vez en acero inoxidable AISI 304, que garantice su resistencia a las cargas que tiene que soportar, si bien este se aísla eléctricamente mediante un barniz, del mismo modo que se explica en el capítulo 3.3 para las probetas de ASTM F1624. La esfera en contacto con la probeta es de un material cerámico y de unas dimensiones de acuerdo al borrador de la norma sobre Small Punch, es decir 2.5mm. Finalmente el casquillo y el tornillo de cierre que posicionan las matrices con las probetas en su interior se fabrican en Poliamida 6.6, mientras que la urna que contiene la solución acuosa en metacrilato. Por último, el bastidor metálico que libera la carga sobre el punzón y posiciona la urna fue realizado en acero al carbono lacado con algunos componentes de acero inoxidable. El esquema del sistema ya ensamblado se representa en la Figura 3.13

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

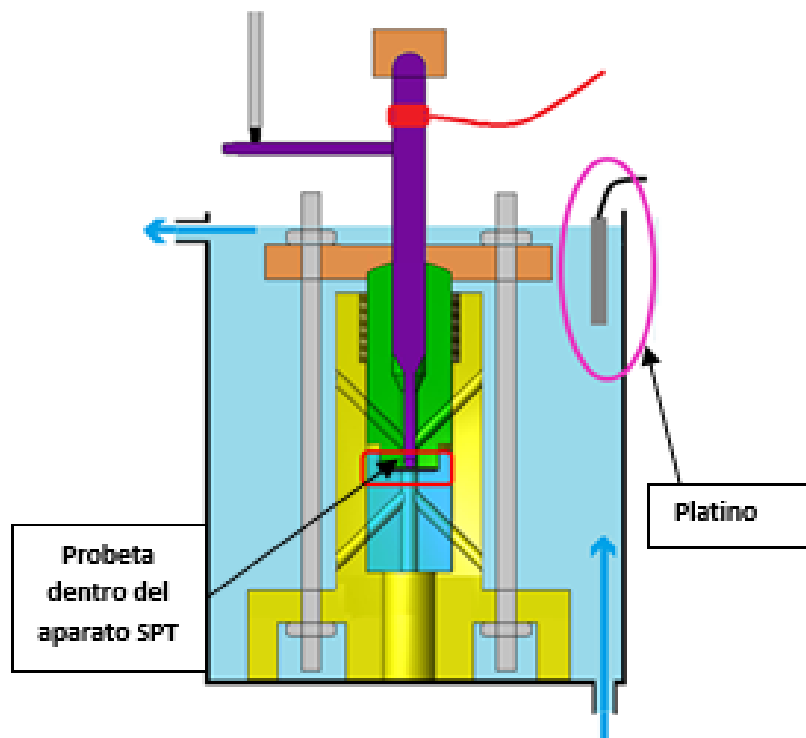


Figura 3.13 Esquema de montaje del dispositivo para ensayo de la propuesta de Small Punch por escalones

Y el aspecto del dispositivo una vez ensamblado y realizando un ensayo real se muestra en la figura 3.14.

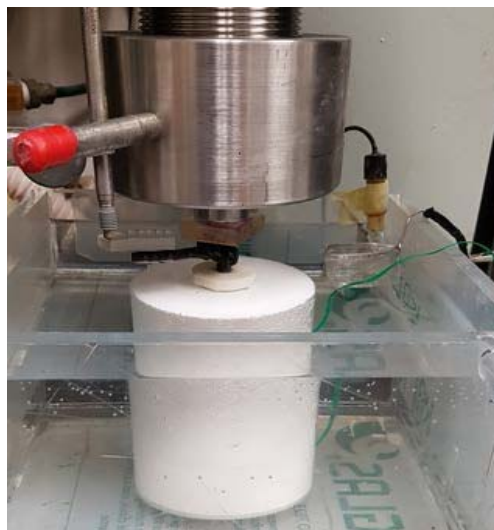


Figura 3.14 Montaje real del dispositivo para ensayo de la propuesta de Small Punch por escalones

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

A continuación, en las figuras de la 3.15 a la 3.25, se muestra los planos constructivos de distintas partes del montaje.

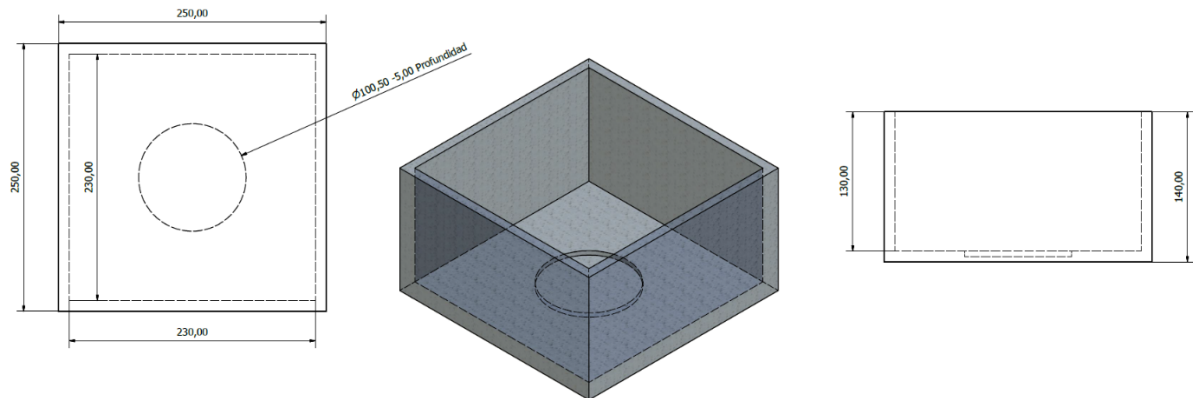


Figura 3.15 *Urna*

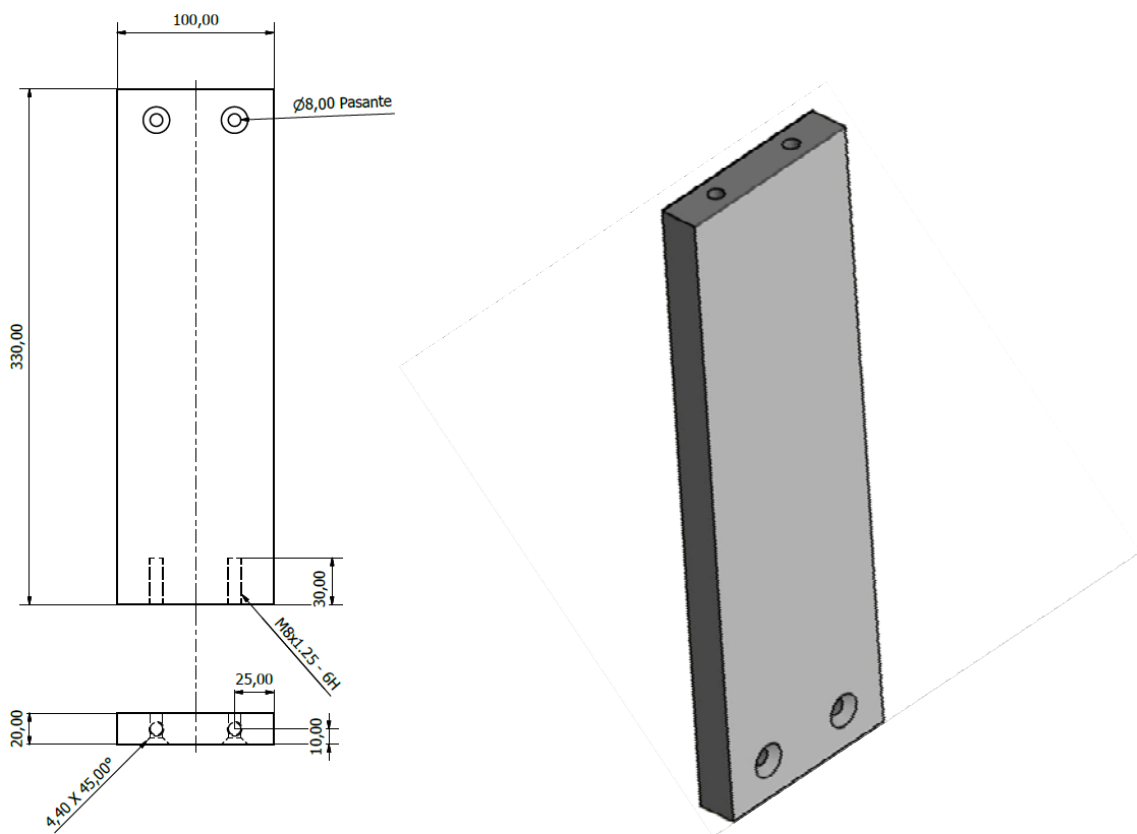


Figura 3.16 *Viga bastidor*

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

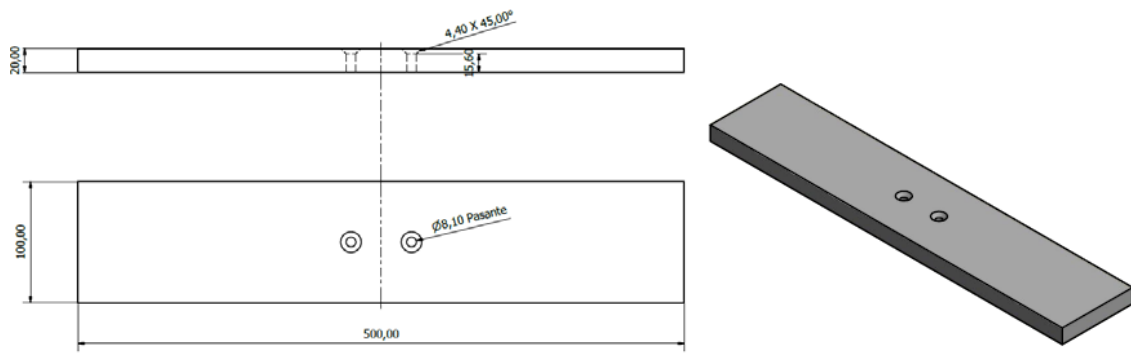


Figura 3.17 Base bastidor

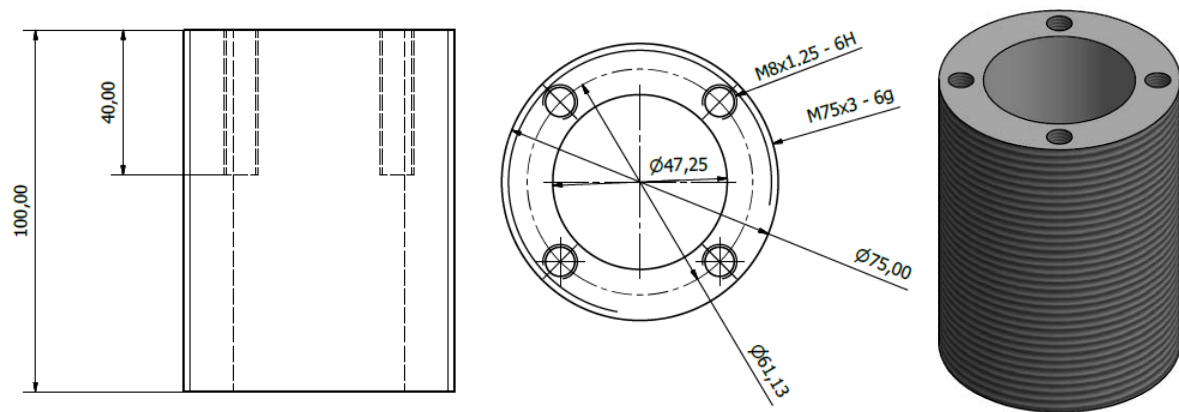


Figura 3.18 Eje roscado para aplicación de carga

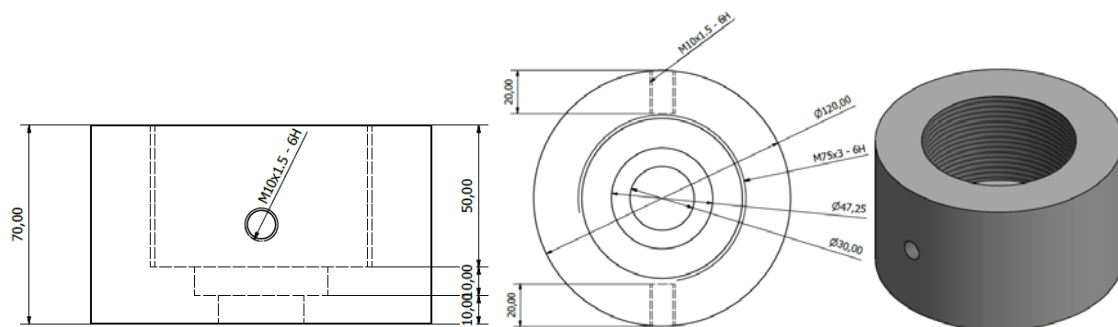


Figura 3.19 Casquillo roscado para aplicación de carga

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

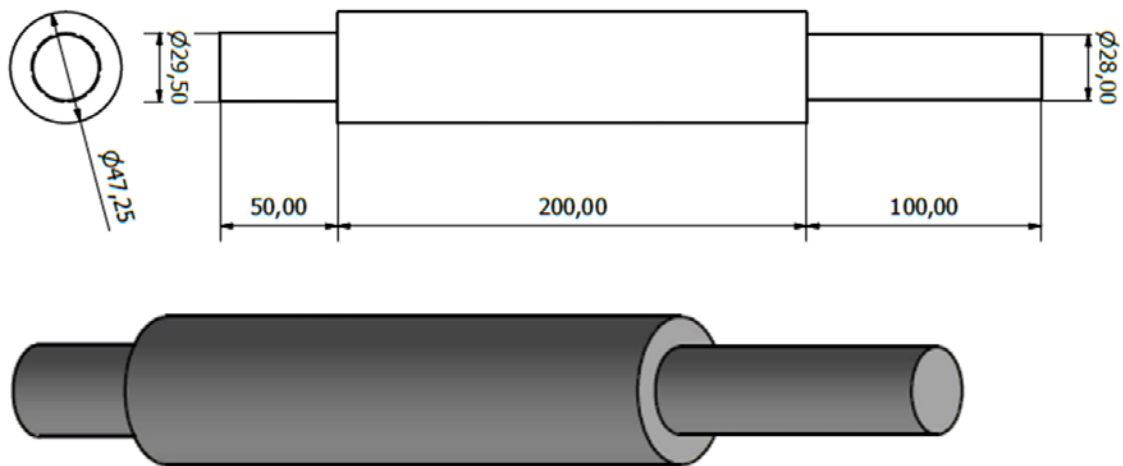


Figura 3.20 Eje

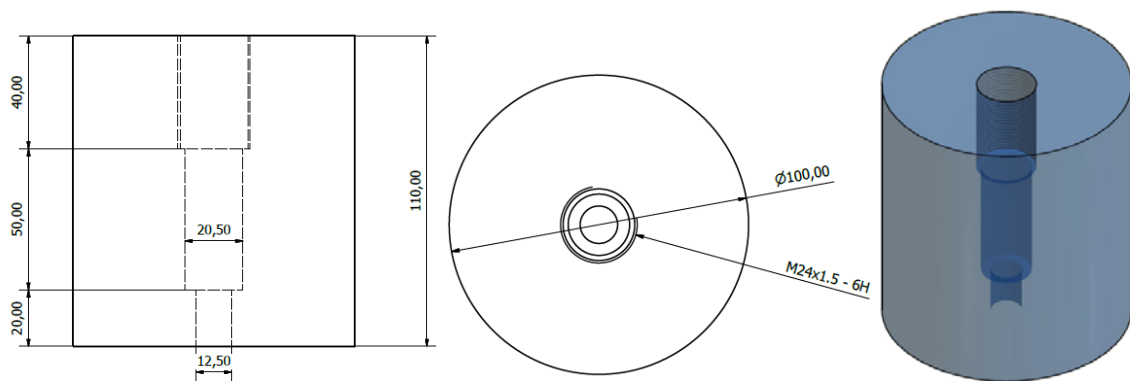


Figura 3.21 Casquillo matriz

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

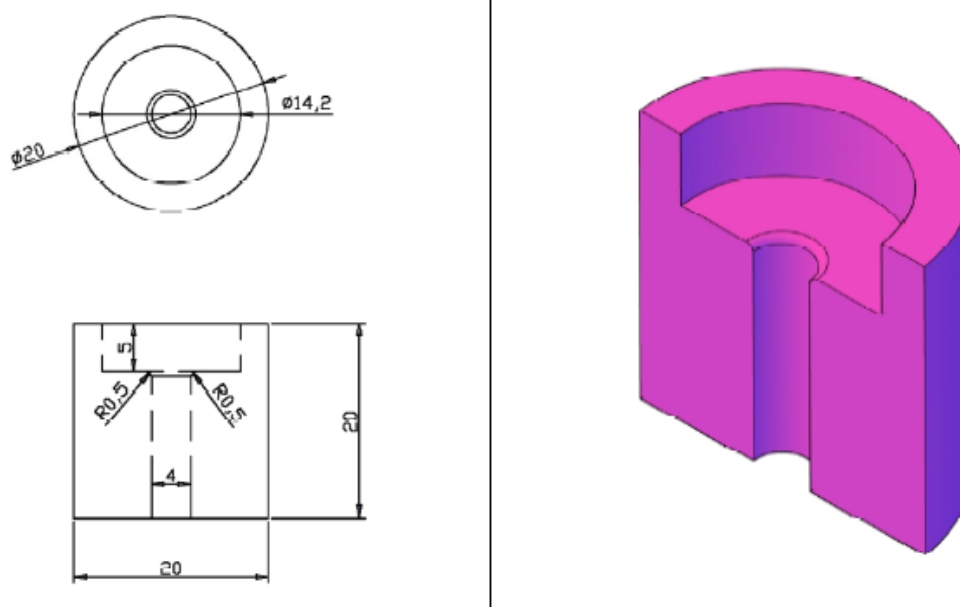


Figura 3.22 Matriz inferior [33]

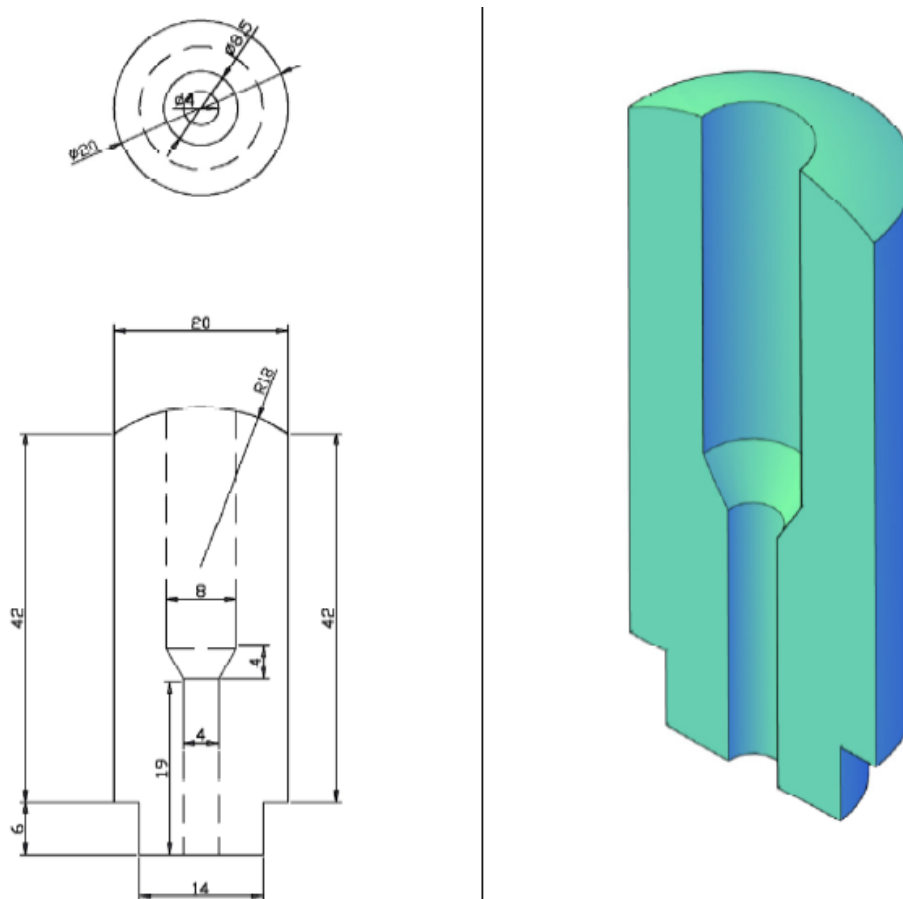


Figura 3.23 Matriz superior [33]

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

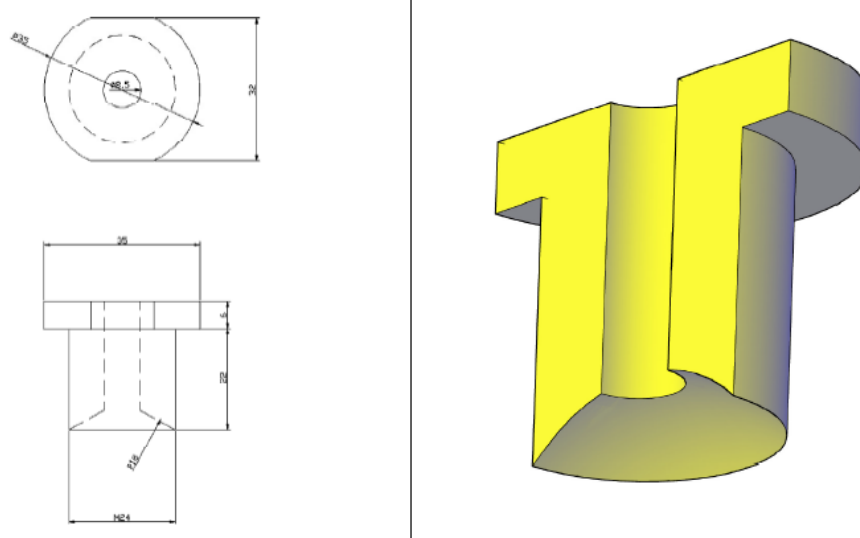


Figura 3.24 Tornillo de apriete [33]

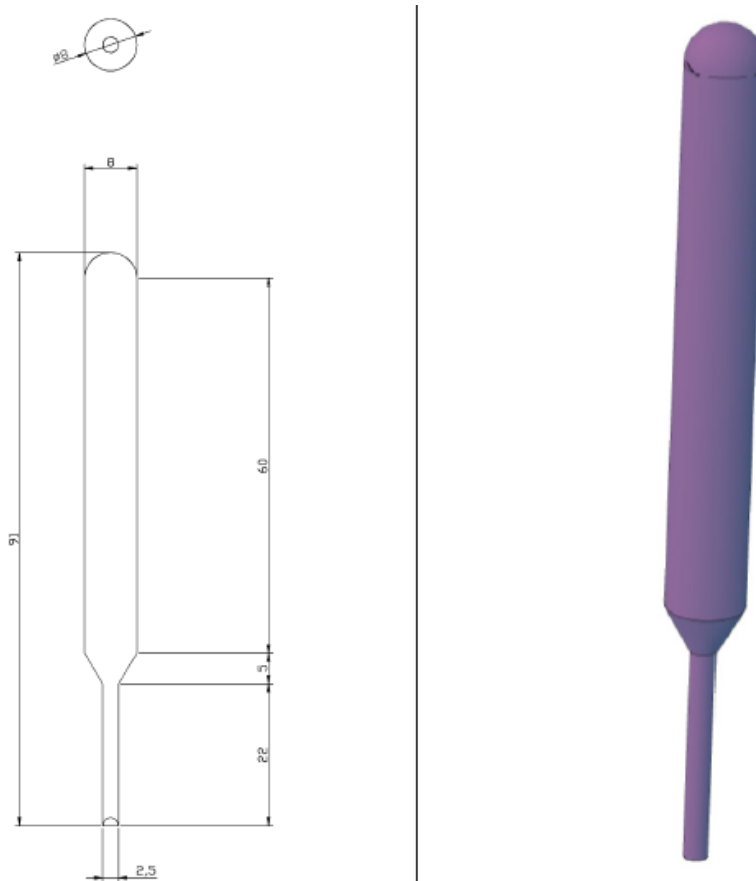


Figura 3.25 Punzón [33]

4. Resultados y discusión

4.1 Resultados tracción según ASTM F1624

A continuación, se muestran los resultados de los ensayos de tracción por escalones según ASTM F1624 tal y como se describe en el capítulo 3.3 En cada gráfica se representa un ensayo al aire según ASTM E8, junto con los ensayos en ambiente (mínimo 3 en cada ambiente), en los cuales las líneas se hacen discontinuas tras el fallo de la probeta, representándose discontinuamente los escalones programados que no llegaron a efectuarse.

4.1.1 ASTM F1624 sobre acero X80

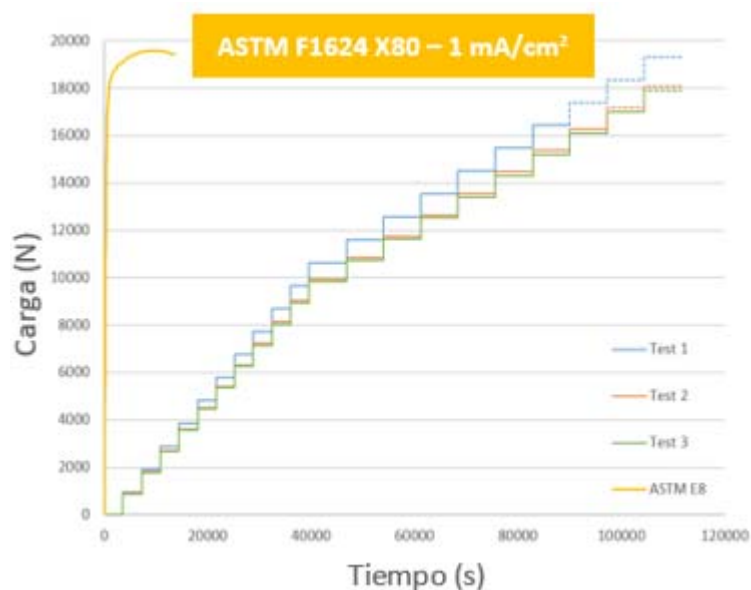


Figura 4.1 Gráfica carga-tiempo del acero X80 ensayado según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de 1 mA/cm²

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

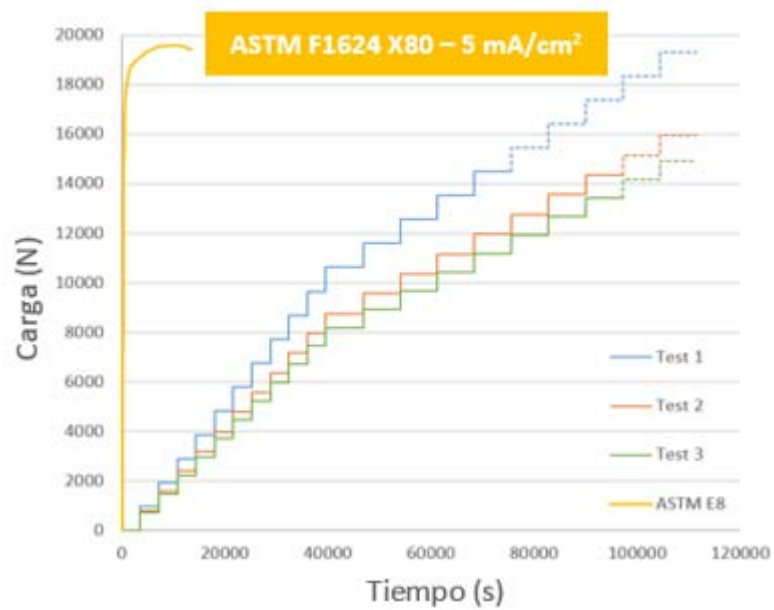


Figura 4.2 Gráfica carga-tiempo del acero X80 ensayado según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de 5 mA/cm^2

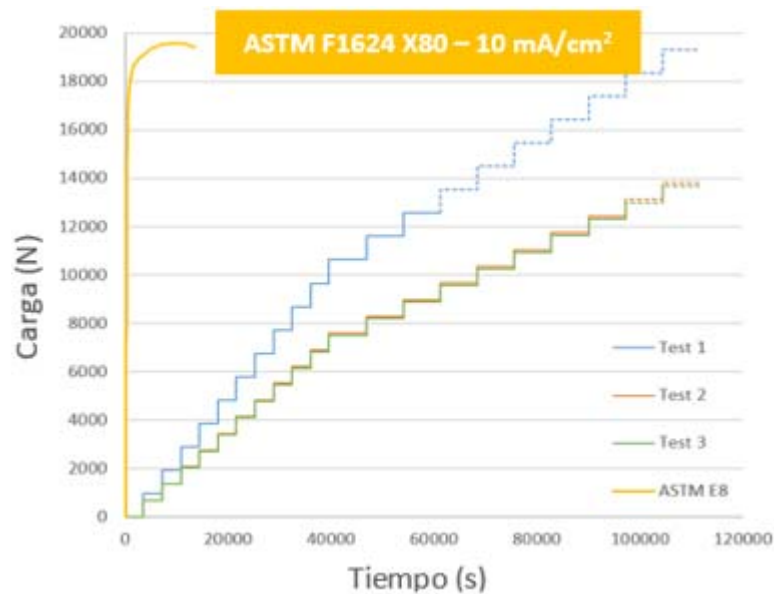


Figura 4.3 Gráfica carga-tiempo del acero X80 ensayado según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de 10 mA/cm^2

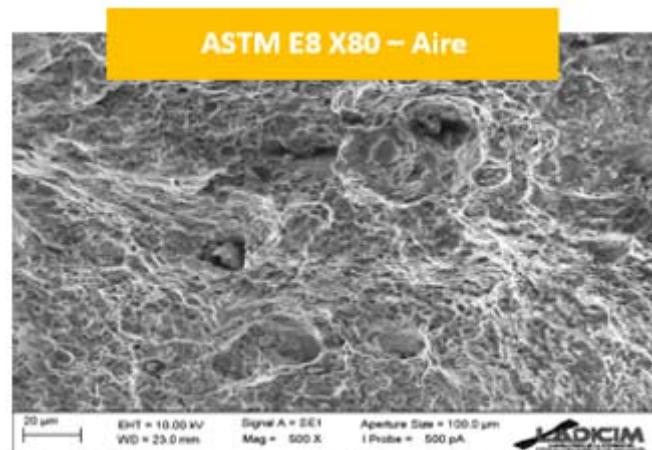


Figura 4.4 Fractografía del ensayo ASTM E8 en acero X80

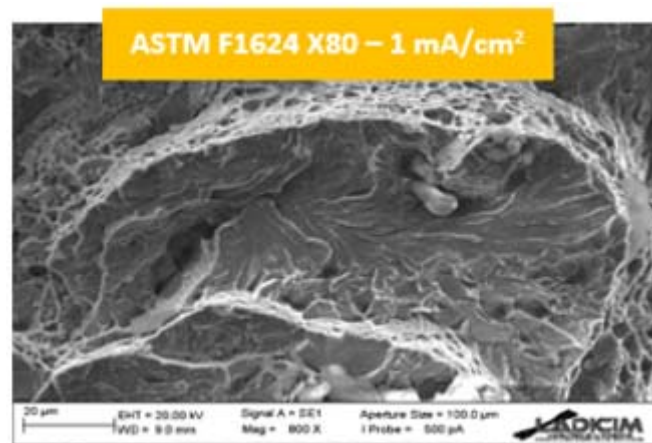


Figura 4.5 Fractografía del ensayo ASTM F1624 en acero X80 en un entorno de polarización catódica de 1 mA/cm²

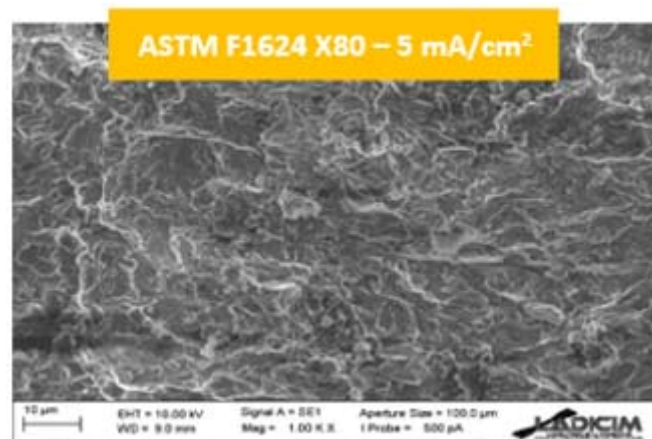


Figura 4.6 Fractografía del ensayo ASTM F1624 en acero X80 en un entorno de polarización catódica de 5 mA/cm²

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

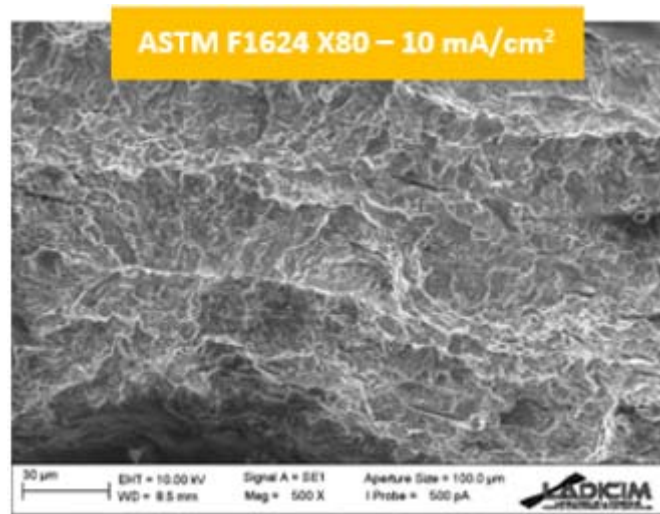


Figura 4.7 Fractografía del ensayo ASTM F1624 en acero X80 en un entorno de polarización catódica de 10 mA/cm^2

4.1.2 ASTM F1624 sobre acero S420

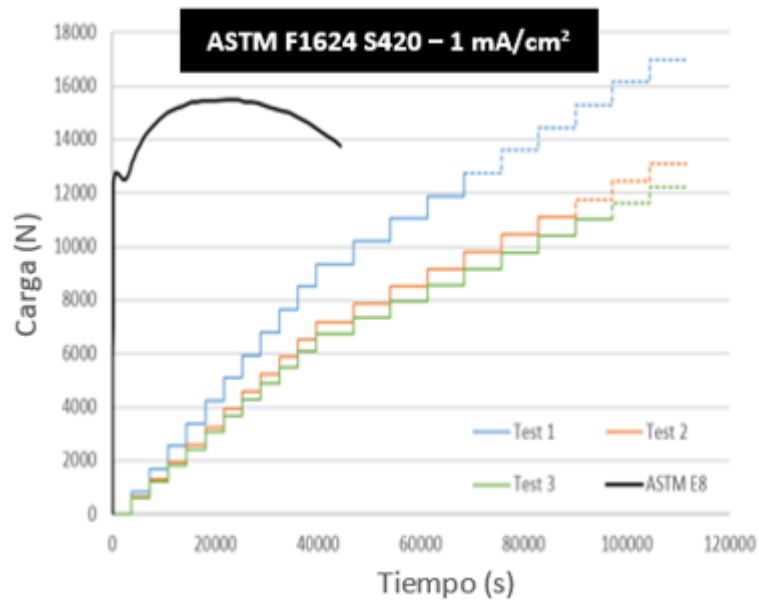


Figura 4.8 Gráfica carga-tiempo del acero S420 ensayado según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de 1 mA/cm^2

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

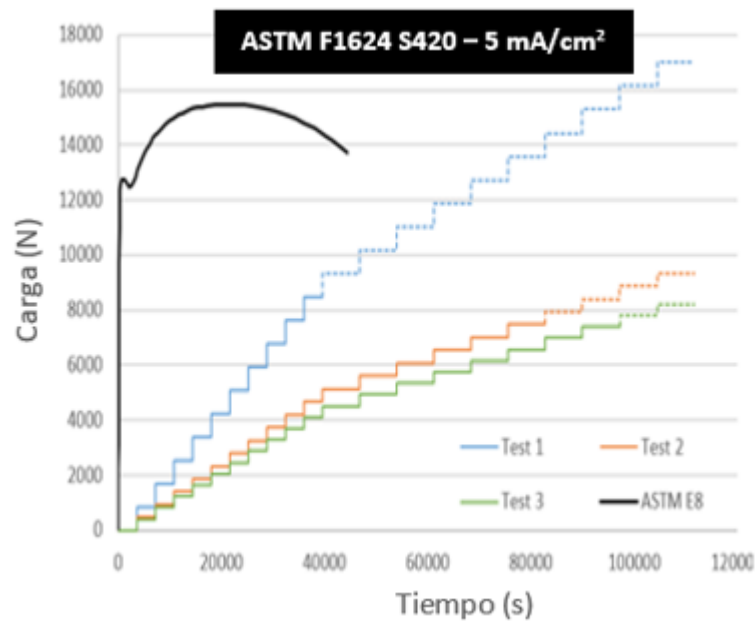


Figura 4.9 Gráfica carga-tiempo del acero S420 ensayado según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de 5 mA/cm^2

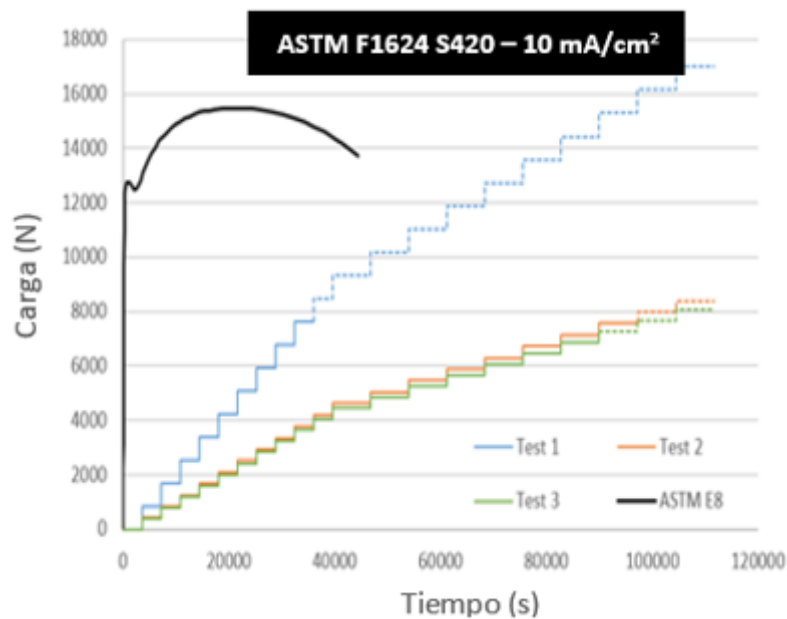


Figura 4.10 Gráfica carga-tiempo del acero S420 ensayado según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de 10 mA/cm^2

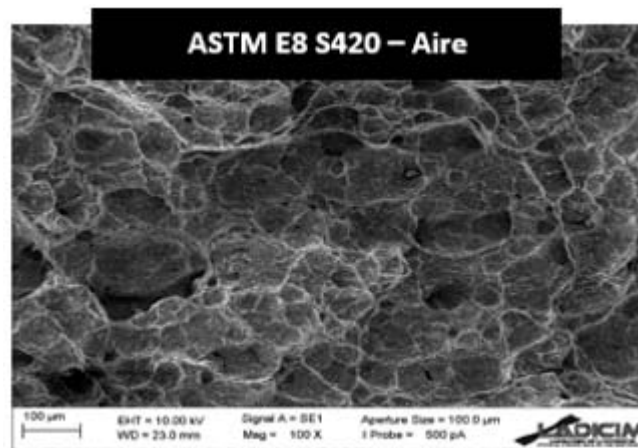


Figura 4.11 Fractografía de los ensayos ASTM E8 en acero X80 ensayado al aire

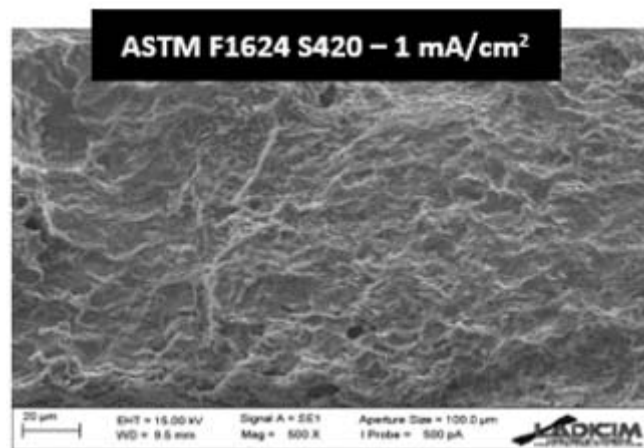


Figura 4.12 Fractografía del ensayo ASTM F1624 en acero S420 en un entorno de polarización catódica de 1 mA/cm²

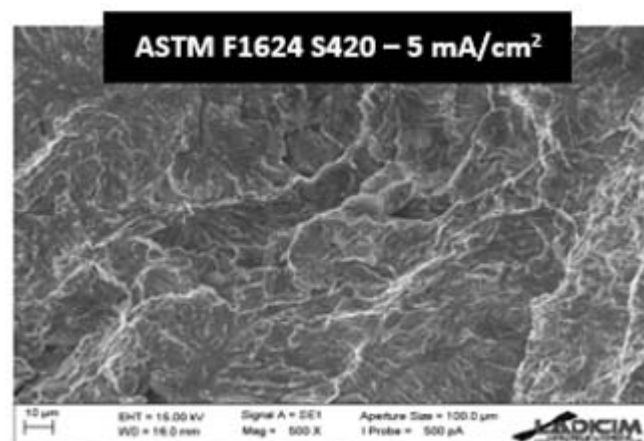


Figura 4.13 Fractografía del ensayo ASTM F1624 en acero S420 en un entorno de polarización catódica de 5 mA/cm²

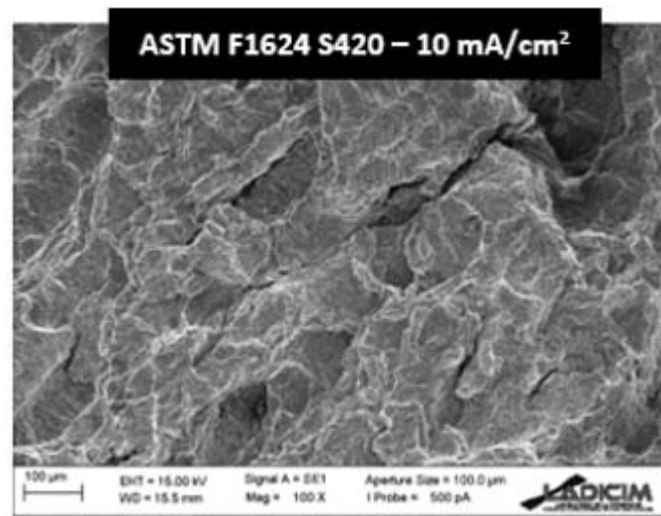


Figura 4.14 Fractografía del ensayo ASTM F1624 en acero S420 en un entorno de polarización catódica de 10 mA/cm^2

Finalmente, se muestra una tabla que recoge un resumen de los resultados de límite elástico y tensión de rotura para el caso de las tracciones al aire según ASTM E8, y de la tensión umbral para los ensayos según ASTM F1624

Tabla 4.1 Resumen de resultados numéricos

	Aire		1 mA/cm^2	5 mA/cm^2	10 mA/cm^2
	$S_y \text{ (Mpa)}$	$S_u \text{ (Mpa)}$	$\sigma_{th} \text{ (MPa)}$	$\sigma_{th} \text{ (MPa)}$	$\sigma_{th} \text{ (MPa)}$
X80	621.3	692.9	556.10	446.46	436.01
S420	447.7	547.1	379.47	265.29	257.98

4.2 Resultados propuesta Small Punch

A continuación, se muestran los resultados de los ensayos realizados según la metodología propuesta de escalones aplicados a Small Punch, tal y como se describe en el capítulo 3.4 En cada gráfica se representa un ensayo al aire según el borrador de norma europea SPT junto a los ensayos en ambiente. Las líneas se hacen discontinuas tras el fallo de la probeta, representándose discontinuamente los escalones programados que no llegaron a efectuarse.

Junto a cada curva, y en su mismo color, se indica el tipo de rotura que tuvo lugar en cada caso. Es decir; si la rotura fue dúctil, o en forma de sonrisa, o ya bien frágil, o en forma de estrella. Como puede observarse, en el caso de los ensayos al aire la rotura fue dúctil, mientras que en las probetas ensayadas en ambiente presentó una tipología en estrella, fruto de la fragilización acontecida.

4.2.1 Propuesta SPT sobre acero X80

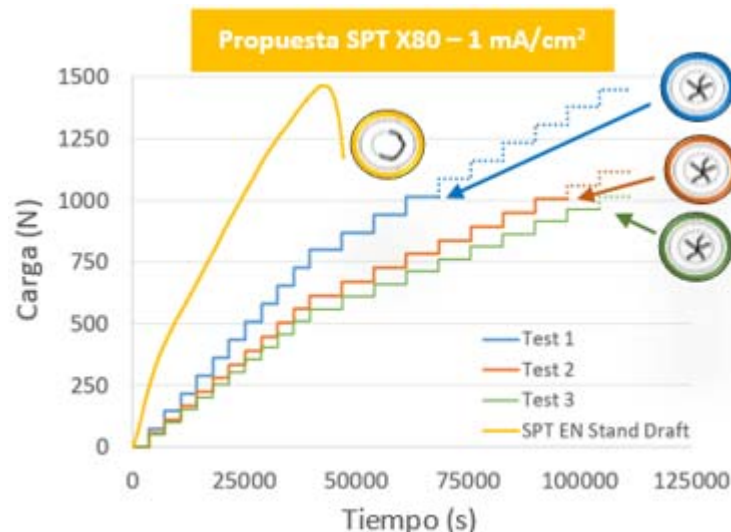


Figura 4.15 Gráficas carga-tiempo del acero X80 ensayado según la propuesta SPT en un entorno de polarización catódica de 1 mA/cm²

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

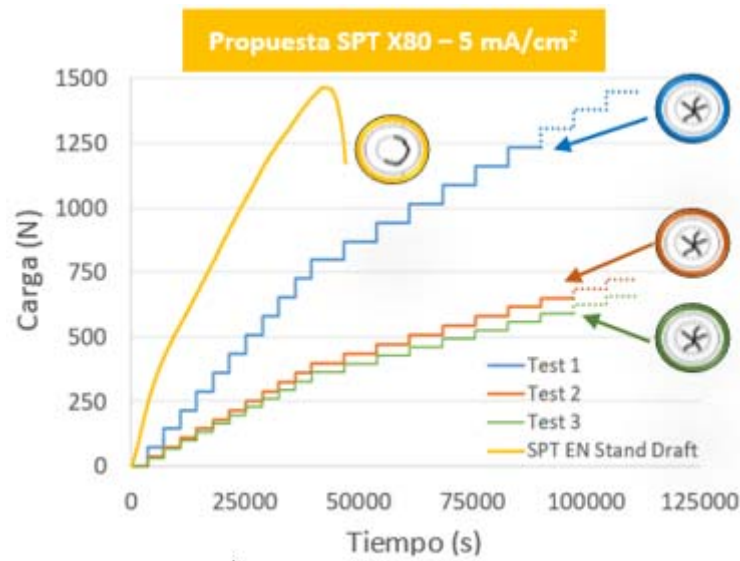


Figura 4.16 Gráficas carga-tiempo del acero X80 ensayado según la propuesta SPT en un entorno de polarización catódica de 5 mA/cm²

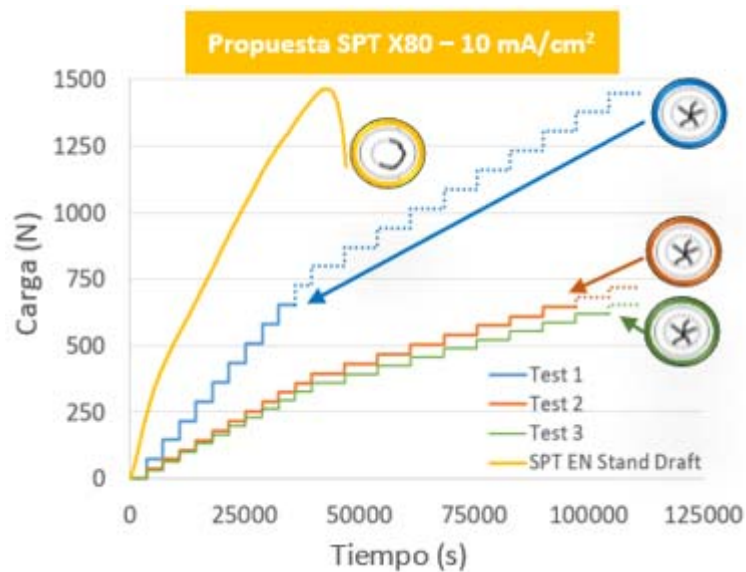


Figura 4.17 Gráficas carga-tiempo del acero X80 ensayado según la propuesta SPT en un entorno de polarización catódica de 10 mA/cm²

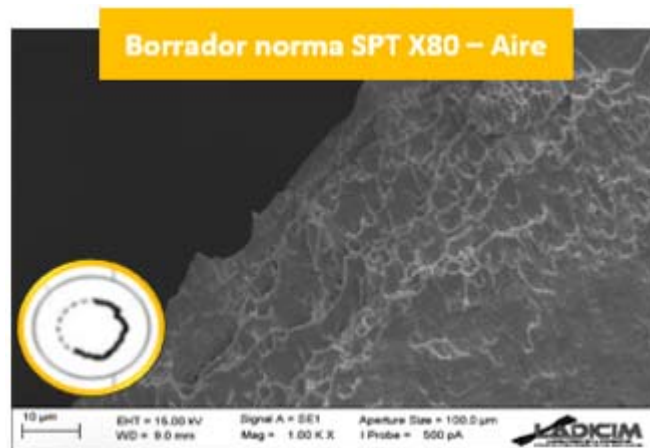


Figura 4.18 Fractografía del ensayo SPT en acero X80 al aire

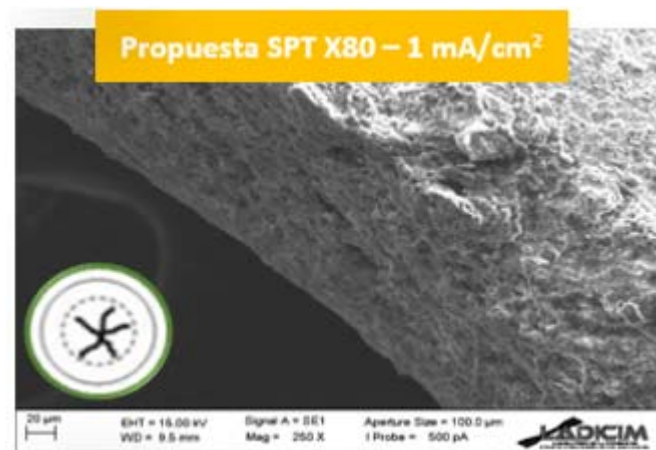


Figura 4.19 Fractografía del ensayo SPT en acero X80 en un entorno de polarización catódica de 1 mA/cm^2

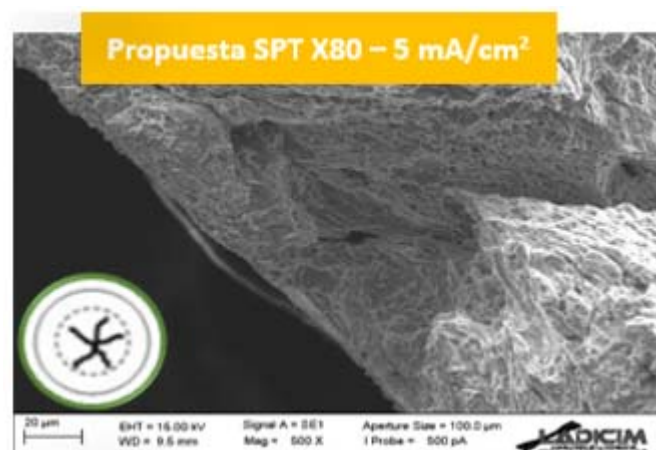


Figura 4.20 Fractografía del ensayo SPT en acero X80 en un entorno de polarización catódica de 5 mA/cm^2

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

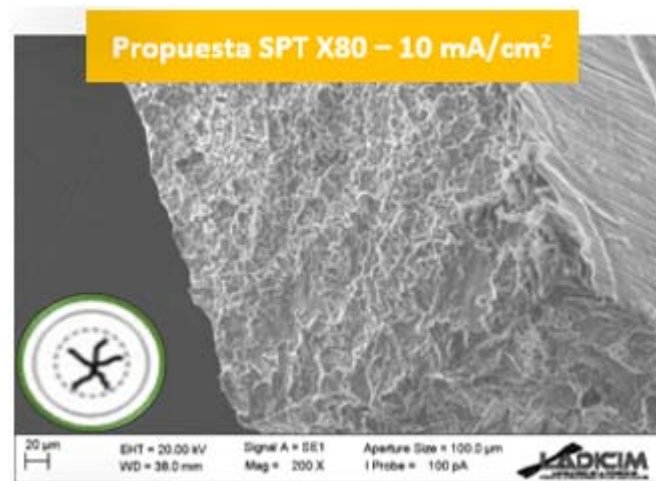


Figura 4.21 Fractografía del ensayo SPT en acero X80 en un entorno de polarización catódica de 10 mA/cm^2

4.2.2 Propuesta SPT sobre acero S420

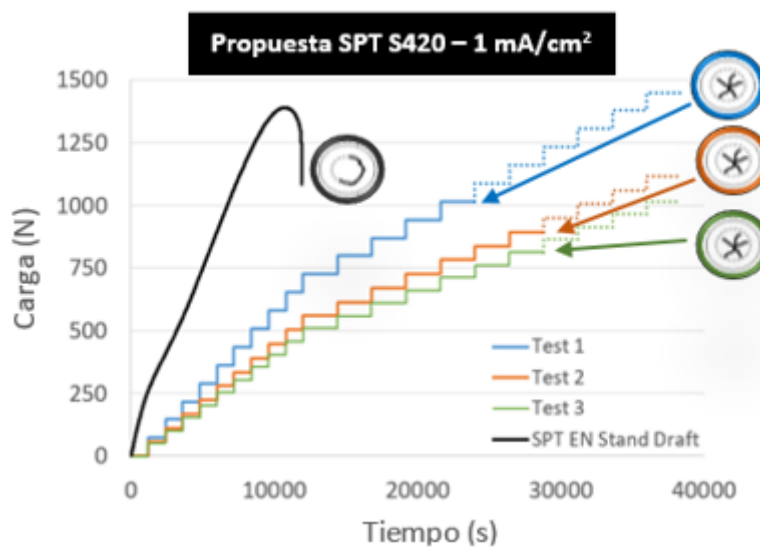


Figura 4.22 Gráficas carga-tiempo del acero S420 ensayado según la propuesta SPT en un entorno de polarización catódica de 1 mA/cm^2

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

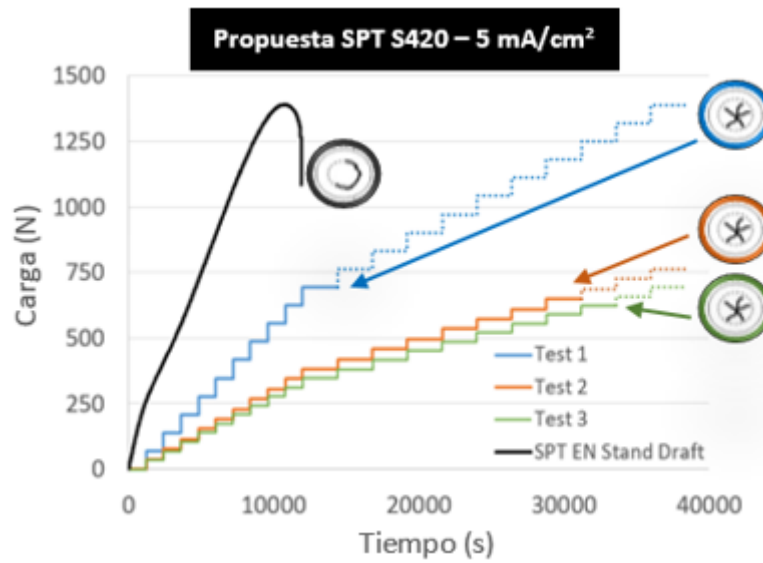


Figura 4.23 Gráficas carga-tiempo del acero S420 ensayado según la propuesta SPT en un entorno de polarización catódica de 5 mA/cm²

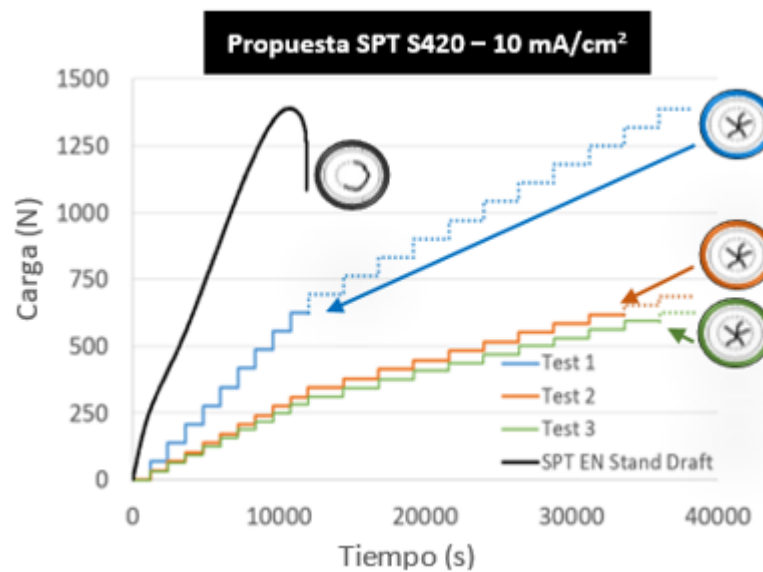


Figura 4.24 Gráficas carga-tiempo del acero S420 ensayado según la propuesta SPT en un entorno de polarización catódica de 10 mA/cm²

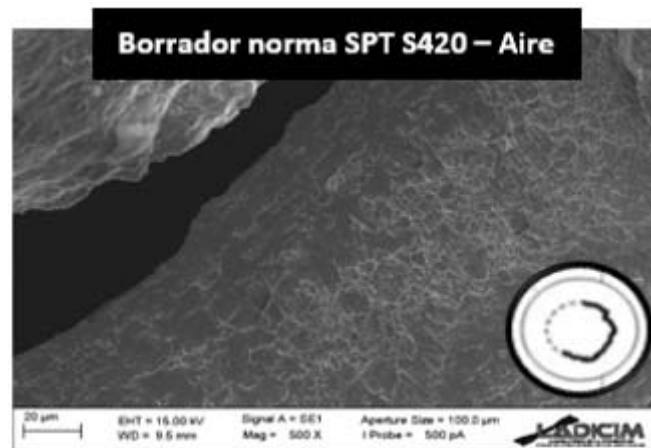


Figura 4.25 *Fractografía del ensayo SPT en acero S420 al aire*

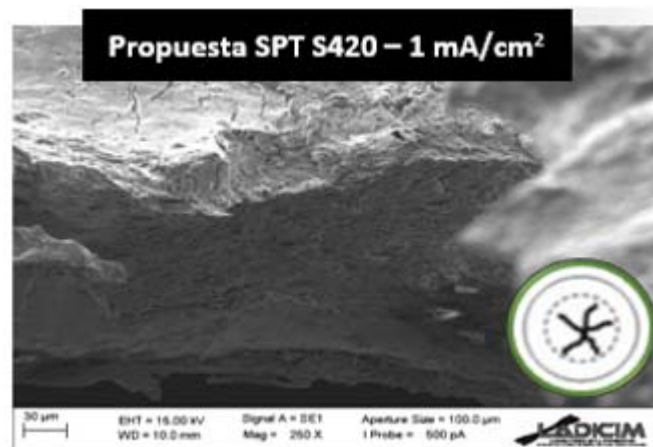


Figura 4.26 *Fractografía del ensayo SPT en acero S420 ensayado según la propuesta SPT en un entorno de polarización catódica de 1 mA/cm²*

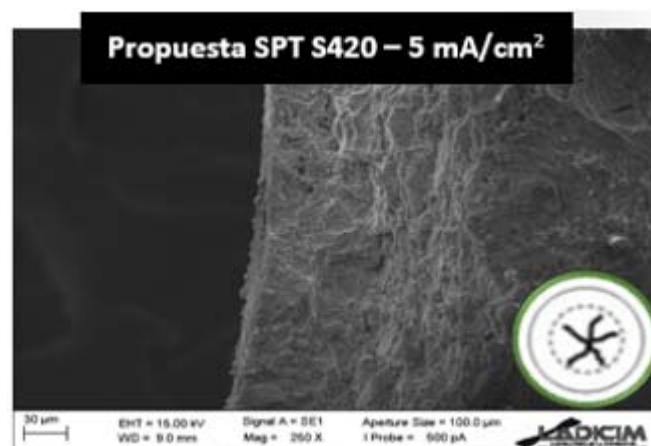


Figura 4.27 *Fractografía del ensayo SPT en acero S420 ensayado según la propuesta SPT en un entorno de polarización catódica de 5 mA/cm²*

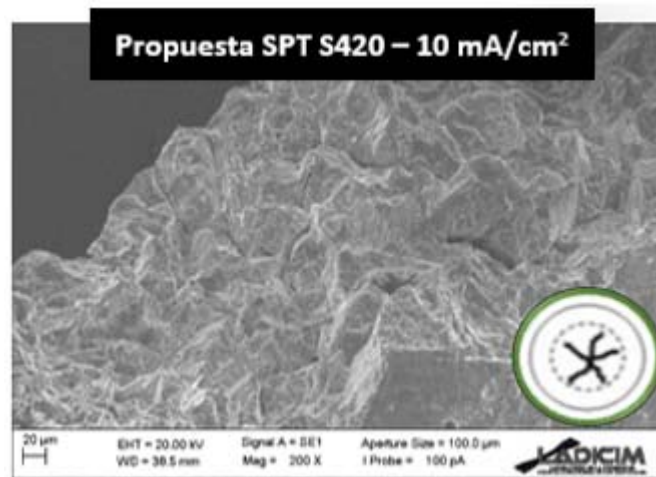


Figura 4.28 Fractografía del ensayo SPT en acero S420 ensayado según la propuesta SPT en un entorno de polarización catódica de 10 mA/cm^2

Finalmente, se muestra una tabla que recoge un resumen de los resultados de carga de tránsito de las condiciones elásticas a las plásticas definida según la metodología del primer punto de inflexión propuesta por Lacalle [33], P_y , y de la carga máxima, P_{max} , para el caso de los ensayos SPT al aire según el borrador de norma europea, y de la fuerza umbral para los ensayos según la propuesta de ensayo SPT por escalones para cada uno de los ambientes analizados.

Tabla 4.2 Resumen de resultados numéricos

	Aire		1 mA/cm^2	5 mA/cm^2	10 mA/cm^2
	$P_y \text{ (N)}$	$P_{max} \text{ (N)}$	$P_{th-SPT} \text{ (MPa)}$	$P_{th-SPT} \text{ (MPa)}$	$P_{th-SPT} \text{ (MPa)}$
X80	121	1490	943	638	620
S420	69	1465	812	625	594

4.3 Comparación de ambas técnicas

El principal objetivo de este trabajo es aplicar la técnica de la carga escalonada de la norma ASTM F1624 al ensayo Small Punch y obtener la tensión umbral en un ambiente agresivo. Para comprobar que esta aplicación tiene sentido, los resultados de ambas técnicas (original ASTM F1624 y propuesta SPT) deben ser comparados y verificar que siguen cierta tendencia o patrón similar, así como sus micro mecanismos de rotura.

Analizando las gráficas de ASTM F1624 (Figuras de la 4.1-4.3 a la 4.8-4.10) y de la técnica propuesta de SPT (Figuras de la 4.15-4.17 a la 4.22-4.24), se puede comprobar que presentan características similares; para ambientes homólogos, el número de escalones necesarios para alcanzar el umbral fue el mismo en ambas técnicas y para todos los ensayos. Además, la reducción de fuerza con respecto a la carga máxima en los respectivos ensayos al aire (ASTM E8 y borrador de norma europea SPT) fue cualitativamente similar. Por tanto, se puede afirmar que la apariencia y resultados de las secuencias de escalones fueron equivalentes en ambas técnicas.

En lo que respecta a los micro mecanismos de rotura, comparando las figuras de la 4.4-4.7 a la 4.11-4.14 y de la 4.18-4.21 a la 4.25-4.28, se observa un fenómeno de fragilización progresivo a medida que aumenta la agresividad del medio (intensidad de corriente) para ambas técnicas. Por lo que también se puede establecer una relación de equivalencia entre ambos métodos.

Tanto los resultados numéricos como la apariencia de las superficies de roturas tienden a converger para las condiciones ambientales más agresivas (5 y 10 mA/cm²), lo cual indica una posible saturación de hidrógeno en las probetas para la más alta de esas intensidades de corriente; el material ya no absorbe más hidrógeno.

Por último, se puede relacionar la información de las tablas 4.1 y 4.2, dando lugar a la figura 4.15, la cual muestra la equivalencia de ambas técnicas estudiadas, comparando los datos de tensión umbral (MPa) de los ensayos según ASTM F1624 con los valores de carga umbral (N) de la propuesta de SPT.

Se observa un fenómeno de fragilización lineal para ambos aceros, y siguiendo la misma tendencia ambas técnicas, ya que las pendientes de las rectas de regresión que se generan son muy similares (0.309 para el acero X80 y 0.327 para el caso del S420).

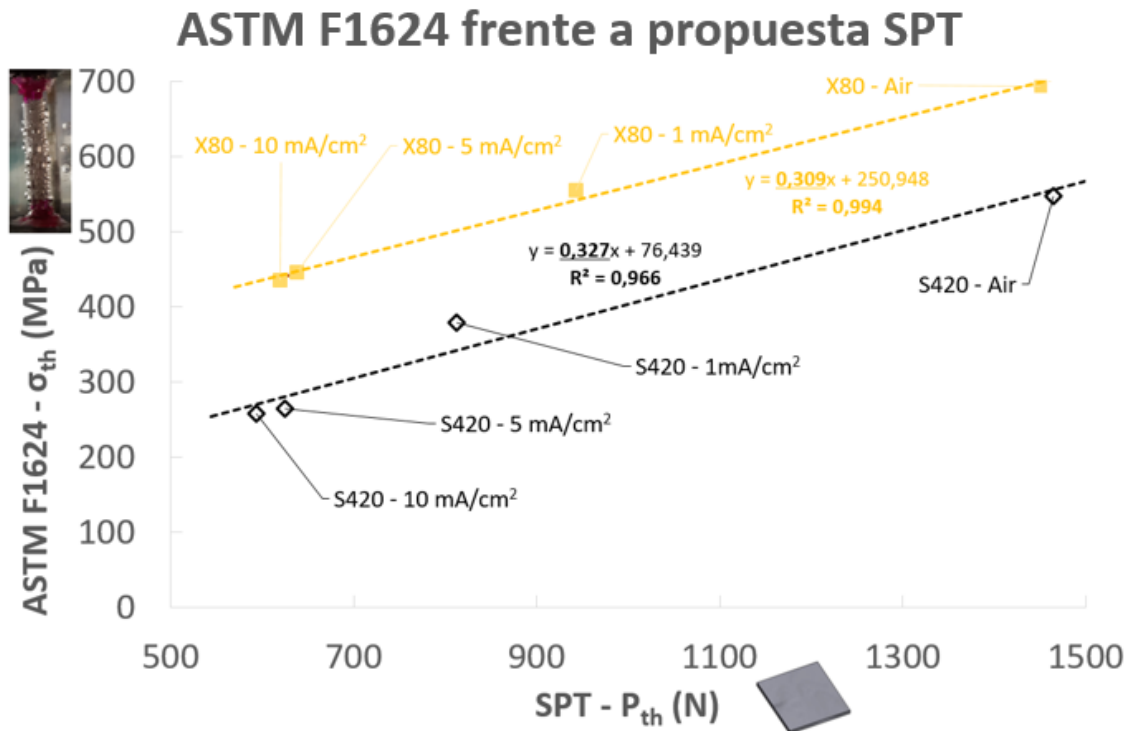


Figura 4.15 Resultados de tensiones umbral según ASTM F1624 frente a cargas umbral SPT obtenidas aplicando el ensayo propuesto sobre aceros X80 y S420 en ambientes agresivos.

4.3.2 Concentración de hidrógeno

En vista de los resultados anteriormente expuestos, destaca la escasa variación entre los valores de resistencia mecánica obtenidos entre los ensayos a las intensidades de corriente de 5 y 10 mA/cm² por ambas técnicas.

Al observarse este fenómeno tanto en los ensayos según norma ASTM F1624 y los realizados según el método de escalones propuesto, se demuestra que este último es capaz de reflejar las condiciones adversas de saturación de hidrógeno en la probeta que tienen lugar en los ensayos bajo norma.

Con objeto de documentar esta evidencia, se realizan ensayos de contenido en hidrógeno para los dos aceros bajo las cuatro condiciones ambientales estudiadas,

analizando 5 muestras para cada condición empleando la técnica de extracción en caliente previa limpieza con acetona pura y siguiendo las recomendaciones recogidas en [20]. La media de los resultados se muestra en la tabla 4.3, donde se confirma la hipótesis postulada al ver los resultados de las tensiones y cargas umbral, ya que los contenidos de hidrógeno para corrientes de 5 y 10 mA/cm² se encuentran muy cercanos entre si, con menos de un 2.5% de diferencia. Para la intensidad de corriente de 1 mA/cm² sin embargo, el contenido en hidrógeno se encuentra en unos valores intermedios entre la situación al aire y la condición de muestra saturada.

Tabla 4.3 *Resumen de concentración de hidrógeno*

	<i>Aire (ppm)</i>	<i>1 mA/cm² (ppm)</i>	<i>5 mA/cm² (ppm)</i>	<i>10 mA/cm² (ppm)</i>
X80	0.89	6.20	9.79	10.01
S420	0.92	8.75	12.02	12.33

A raíz de estos resultados, se puede establecer una relación de proporcionalidad entre las tensiones umbral (ASTM F1624) y las fuerzas umbral (propuesta SPT) con el contenido en hidrógeno, como se muestra en la figura 4.16. En dicha representación se vuelve a manifestar una tendencia de fragilización lineal entre los cuatro tipos de ambiente estudiados, que se traduce en una reducción tanto de la tensión umbral como de la carga umbral. Lo cual arroja una correlación bastante ajustada entre el efecto de fragilización por hidrógeno y el contenido en hidrógeno.

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

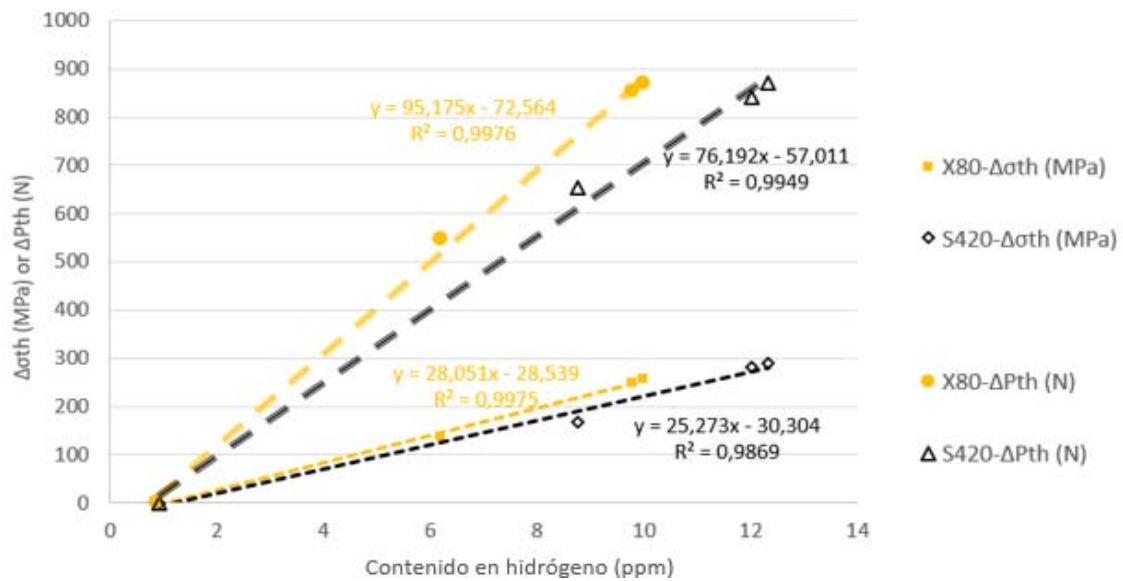


Figura 4.16 Comparación entre el contenido de hidrógeno y la reducción de tensiones umbral según ASTM F1624 (izquierda) y la reducción de fuerzas umbral SPT (derecha)

4.4 Propuesta de la estimación de la tensión umbral en base a ensayos SPT

Al examinar los datos obtenidos en el presente trabajo, se observa que en todos los casos la carga umbral P_{th} es menor que la carga máxima P_{max} de los ensayos Small Punch convencionales realizados al aire, y mucho más alta que la carga de tránsito de condiciones elásticas a plásticas, P_y de los mismos, definida según la metodología de Lacalle [33] por el primer punto de inflexión de la curva.

$$P_y < P_{th} < P_{max} \quad (4.1)$$

De este modo, como se presenta en la Figura 4.15, existe una proporcionalidad entre la reducción en el umbral de tensiones para ensayos según ASTM F1624 y de fuerzas umbral para la propuesta SPT, debida a la fragilización en ambos materiales, que está representada por las pendientes casi idénticas antes mencionadas en ambas líneas de correlación. Este fenómeno debería ser entonces de alguna manera dependiente de la componente plástica de la carga del ensayo SPT, es decir la diferencia entre la carga en cada punto y la carga de tránsito elástico a plástico (P_{th-P_y}).

Por tanto, a partir de una carga umbral P_{th-SPT} , e introduciendo una componente elástica, σ_{el} , y una plástica, σ_{pl} , se puede proponer una expresión que permita estimar la tensión umbral, σ_{th-SPT} , en base a una componente elástica (función de P_y) y otra plástica (función de $P_{th-SPT} - P_y$):

$$\sigma_{th-SPT} = \sigma_{el-SPT} + \sigma_{pl-SPT} \quad (4.2)$$

Donde σ_{el-SPT} es la componente elástica, determinada por la carga de transición de régimen elástico a plástico del ensayo SPT, P_y , según la definición de Lacalle [33], y tendría según la bibliografía una expresión del tipo (4.3), donde K es una constante:

$$\sigma_{el-SPT} = K \cdot P_y \quad (4.3)$$

Del mismo modo, σ_{pl} es la componente plástica, para la cual hay distintos puntos de vista en cuanto a su cálculo [4,37,43], pero podría proponerse según la

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

bibliografía una expresión del tipo (4.4), donde α es un coeficiente adimensional y h_0 el espesor de probeta en milímetros:

$$\sigma_{pl-SPT} = \frac{\alpha}{h_0^2} \cdot (P_{th-SPT} - P_y) \quad (4.4)$$

Con ello, la expresión (4.2), quedaría propuesta como sigue:

$$\sigma_{th-SPT} = \sigma_{el-SPT} + \sigma_{pl-SPT} = K \cdot P_y + \frac{\alpha}{h_0^2} \cdot (P_{th-SPT} - P_y) \quad (4.5)$$

5. Conclusiones y trabajo futuro

5.1 Conclusiones

En este trabajo se ha presentado una nueva metodología para estimar el umbral en ambiente agresivo mediante ensayos SPT basado en la técnica de carga por escalones recogida en la metodología ASTM F1624 [3], que permite obtener una carga umbral, P_{th-SPT} , en un intervalo de días mediante el uso de al menos 3 muestras.

Para adaptar la metodología mencionada al ensayo Small Punch ha sido necesario introducir una serie de modificaciones en la metodología de la citada norma en base a las características intrínsecas del ensayo Small Punch:

- En primer lugar, la carga de rotura rápida para los ensayos Small Punch se define como la carga máxima ($P_{Máx}$) alcanzada durante un ensayo Small Punch en condiciones al aire según el borrador de norma europea [4] a una velocidad de punzón de 0.01mm/s.
- También, el tiempo de absorción de hidrógeno de las muestras, previo al ensayo, se estipula en 2 horas, suficiente para saturar una placa de 0,5 mm de espesor [8-10].
- Finalmente, y como aspecto con mayor relevancia, los tiempos a los que se aplican los escalones de carga se reducen respecto a la norma de referencia ASTM F1624 en seis veces. Así, para los aceros empleados, se han propuesto los 10 escalones iniciales de 20 minutos y los 10 escalones siguientes de 40 minutos. Con estos tiempos se posibilita la realización de un ensayo completo en una jornada de trabajo.

Para validar la propuesta, se han seleccionado los aceros S420 y X80 de media y alta resistencia respectivamente, y se han sometido a un ambiente de fragilización por hidrógeno simulado mediante la técnica de polarización catódica en un electrolito ácido (básicamente 1N de H_2SO_4 en H_2O) en el que se han aplicado tres niveles diferentes de agresividad de 1, 5 y 10 mA/cm², además de una caracterización al aire.

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

Como referencia, se han llevado a cabo ensayos normalizados sobre probetas cilíndricas de acuerdo a la norma ASTM F1624, en los ambientes anteriormente citados. Por otro lado, se ha aplicado la metodología propuesta a una batería de ensayos Small Punch en condiciones homólogas. Para ello ha sido necesario construir y poner a punto un dispositivo de ensayo a partir de otro dispositivo provisional low-cost utilizado en campañas experimentales anteriores.

A continuación, los resultados de ambas técnicas, normalizada y propuesta, han sido comparados tanto a nivel de parámetros mecánicos como en lo referente a sus micromecanismos de fallo.

- Los ensayos SPT reprodujeron el efecto de fragilización del hidrógeno con precisión, hasta las condiciones de saturación en ambas técnicas de forma semejante.
- En ambas técnicas se observó una fragilización progresiva, reflejada en una mayor presencia de mecanismos frágiles a media que el efecto ambiental se vio aumentado. Además, para la condición de 10 mA/cm^2 , la técnica SPT fue capaz de reflejar la saturación sufrida por el material a partir de 5 mA/cm^2 , debido a las escasas diferencias mostradas en la fractografía, al igual que sucedía con la técnica normalizada.
- Se observó una evidente tendencia de fragilización lineal entre los tres ambientes estudiados para cada uno de los materiales, mostrando excelentes correlaciones con pendientes casi idénticas.
- Se observó la posibilidad de establecer una proporcionalidad constante entre la reducción de las tensiones de tracción umbral (calculadas a partir de ASTM F1624) y las cargas SPT umbral (calculadas a partir de la propuesta de SPT) en función del contenido de hidrógeno.

Esto permite concluir que la metodología propuesta es capaz de reproducir los fenómenos ambientales y micromecanismos observados en la técnica normalizada, con lo que la misma queda validada y su viabilidad probada.

Finalmente, en vista de los resultados obtenidos, se propone la estructura para una posible futura correlación empírica para la estimación de la tensión umbral en base únicamente a los resultados de ensayos Small Punch. La misma consta de un término elástico, función de la carga de tránsito entre las condiciones elásticas y plásticas del ensayo al aire definida según la metodología del primer punto de inflexión de Lacalle [33], P_y , y de una parte plástica, función del resto de la carga umbral obtenida de los ensayos en ambiente, es decir de su componente plástica, $P_{th-SPT} - P_y$; la expresión queda como sigue:

$$\sigma_{th-SPT} = \sigma_{el-SPT} + \sigma_{pl-SPT} = K \cdot P_y + \frac{\alpha}{h_0^2} \cdot (P_{th-SPT} - P_y)$$

5.2 Trabajo futuro

Cabe seguir optimizando el proceso principalmente en los aspectos, que se comentan someramente a continuación.

- Debe trabajarse en la optimización de los tiempos de duración de los escalones, ya que las cuantías de 20 y 40 minutos fueron tomadas pro simplicidad operativa en una primera aproximación, ya que permitían asegurar la completa afección por el ambiente en cada escalón de carga, aunque probablemente estén sobredimensionados. Sería deseable una campaña experimental con ensayos SPT análogos a los empleados pero reduciendo la duración de los escalones, encontrando aquella que, siendo lo más corta posible, no arroje variación en los resultados obtenidos.
- Sería posible una automatización del proceso de aplicación de escalones, para no requerir la presencia de un operador que sea quien manualmente coloque pesas con las cargas cada pocos minutos. Para ello lo más conveniente sería acoplar el dispositivo descrito en este trabajo a una máquina electromecánica programable para que fuese incrementando las cargas, o a menos que permitiera una conexión en remoto para no requerir de presencia del operador en la sala de ensayo.

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

- En una etapa de futuro próxima, se estima necesario la extensión de la metodología, y su validación, a otros materiales con microestructuras diferentes y, tal vez, también bajo mayor rango de ambientes agresivos. Tal es la importancia de la aplicación de la técnica SPT en uniones soldadas, que la extensión de la metodología SPT por escalones a materiales de uniones soldadas reales sería de apreciable utilidad.
- Finalmente, es necesario trabajar en la consecución de expresiones, o correlaciones empíricas, que permitan la estimación de la tensión umbral únicamente a partir de ensayos Small Punch.

6. Bibliografía

- [1] ISO 7539, Parts 1 to 9, Corrosion of Metals and Alloys, 2011
- [2] ASTM E1681-03, Test Method for Determining Threshold Stress Intensity Factor for Environment Assisted Cracking of Metallic Materials, 2013
- [3] ASTM F1624-18, Standard Test Method for Measurement of Hydrogen Embrittlement Threshold in Steel by the Incremental Step Loading Technique, 2018
- [4] EN Standard Working Draft WI, Metallic materials- Small punch test method, Documents of ECIS/TC 101, AFNOR, 2018
- [5] T. Bai, P. Chen, K. Guan, «Evaluation of Stress Corrosion Cracking susceptibility of Stainless Steel 304L with Surface Nanocrystallization by Small Punch Test,» Materials Science & Engineering A, vol. 561, pp. 489-506, 2013
- [6] García T.E., Rodríguez C., Belzunce F.J., Peñuelas I., Arroyo B., «Development of a Methodology to Study the Hydrogen Embrittlement of Steels by Means of the Small Punch Test,» Materials Science & Engineering A, vol. 626, pp. 342-351, 2015
- [7] García T.E., Arroyo B., Rodríguez C., Belzunce F.J., Álvarez J.A., «Small Punch Test Methodologies for the Analysis of the Hydrogen Embrittlement of Structural Steels,» Theoretical and Applied Fracture Mechanics, vol. 86, pp. 89-100, 2016
- [8] B. Arroyo, J.A. Álvarez, R. Lacalle, C. Uribe, T.E. García, C. Rodríguez, «Analysis of Key Factors of Hydrogen Environmental Assisted Cracking evaluation by small punch test on medium and high strength steels,» Materials Science & Engineering A, vol. 691, pp. 180-194, 2017
- [9] B. Arroyo, L. Andrea, P. González, J.A. Álvarez, S. Cicero, A. Fernández, R. Lacalle, «Validation of the incremental step loading technique application to small punch tests in aggressive environments in x80 steel, PVP2020-21524» de ASME 2020 Pressure Vessels and Piping Conference, online, 2020
- [10] B. Arroyo, L. Andrea, P. González, J.A. Álvarez, S. Cicero, R. Lacalle, A. Fernández, «Application of the incremental step loading technique to Small Punch Tests on S420 steel in acid environments, » de 1st Virtual European Conference on Fracture, published in Structural Integrity Procedia, 2020 (presentation: <https://www.youtube.com/watch?v=xGNcU6hDz64>)
- [11] Bernstein I.M., Pressouyre G.M., «Role of traps in the microstructural control of hydrogen embrittlement of steels,» Noyes Publ, Park Ridge, NJ, Pittsburgh, 1988
- [12] S.P. Lynch, Hydrogen embrittlement (HE) phenomena and mechanisms, in: V.S. Raja, T. Shoji (Eds.), Stress Corros. Crack., Woodhead Publishing, 2011: pp. 90-130. doi:<https://doi.org/10.1533/9780857093769.1.90>.

- [13] S.K. Dwivedi, M. Vishwakarma, Hydrogen embrittlement in different materials: A review, *Int. J. Hydrogen Energy*. 43 (2018) 21603–21616. doi:10.1016/j.ijhydene.2018.09.201.
- [14] L.B. Pfeil, The effect of occluded hydrogen on the tensile strength of iron, *Proc. Roy. Soc.* 112 (1926) 182–195.
- [15] A.R. Troiano, The Role of Hydrogen and Other Interstitials in the Mechanical Behavior of Metals: (1959 Edward De Mille Campbell Memorial Lecture), *Metallogr. Microstruct. Anal.* 5 (2016) 557–569. doi:10.1007/s13632-016-0319-4.
- [16] C.D. Beachem, A new model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen “embrittlement”), *Metall. Trans.* 3 (1972) 441–455. doi:10.1007/BF02642048.
- [17] S.P. Lynch, Mechanisms of Hydrogen-Assisted Cracking, *Met. Forum.* 2 (1979) 189–200. <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-0018720616&partnerID=40&md5=f227bd4dd3f7586d1c51b48a8eb97334>.
- [18] H.H. Gray, «ASTM STP,» American asociation of mechanical engineers, vol.543, nº 3, 1974.
- [19] A.J. Sedriks, «Stress corrosion cracking test methods,» National asociation of corrosion engineers, 1989.
- [20] Arroyo B., Andrea L., Álvarez J.A., Cicero S., Lacalle R.; “Analysis of samples cleaning methods prior to hydrogen content determination in steel”; *Metals* (2020), Vol. 10, Is. 6.
- [21] ASTM G49-85, «Standard Practice for Preparation and Use of Direct Tension Stress-Corrosion Test Specimens,» ASTM International, 2011.
- [22] ASTM E-8, «Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials,» ASTM Standards, 2004.
- [23] ASTM G168-00, «Standard Practice for Making and Using Precracked Double Beam Stress Corrosion Specimens,» ASTM International, 2013.
- [24] ASTM E399 12e3, «Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{Ic} of Metallic Materials,» ASTM International, 2012.
- [25] ASTM Standard E-1820-15a, «Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness,» ASTM International, 2015.
- [26] ASTM E1921-16, «Standard Test Method for Determination of Reference Temperature, T₀, for Ferritic Steels in the Transition Range,» ASTM International, 2016.
- [27] International Organization fo Standarization Document No. ISO/TC 156/WG2N66, «Recommendations for making and using precracked specimens,» British Standars Institution, London, UK, 1981.

- [28] A. Cayón, J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana, A. de Carlos, «Application of new fracture mechanics concepts to hydrogen damage evolution,» Final report ECSC contract Nº 7210-PE-110, University of Cantabria, 2001.
- [29] J.A. Álvarez, «Fisuración inducida por hidrógeno de aceros soldables microaleados. Caracterización y modelo de comportamiento,» Tesis doctoral, Universidad de Cantabria, 1998.
- [30] ASTM G39-99 , «Standard Practice for Preparation and Use of Bent-Beam Stress-Corrosion Test Specimens,» ASTM International, 2016.
- [31] ASTM G30-97, «Standard Practice for Making and Using U-Bend Stress-Corrosion Test Specimens,» ASTM International, 2016.
- [32] ASTM G38-01, «Standard Practice for Making and Using C-Ring Stress-Corrosion Test Specimens,» ASTM International, 2013.
- [33] R. Lacalle, «Determinación de las propiedades en tracción y fractura de materiales metálicos mediante ensayos Small Punch,» Tesis doctoral, Universidad de Cantabria, 2012.
- [34] Eskner, M. y Sandström, R., “Mechanical Property Evaluation by Small Punch Test”, Jouernal of Testing and Evaluation, Vol. 32, Nº 4, 2009.
- [35] Fleury, E. y HA, J. S., “Small Punch Tests to Estimate the Mechanical Properties of Steels for Steam Power Plant: I. Mechanical Strength”, International Journal of Pressure Vessels and Piping 75,1998.
- [36] Hide, N., Brear, J. M. y Fairman, A., “Non-Destructive Fracture Toughness Assessment by Miniature Punch Technique (PUNCH), Final Report”, ERA Report 2001-0133. s.l. L ERATEchnology, 2001.
- [37] Mao, X. y Takahashi, H., “Development of a Further-Miniaturized Specimen of 3 mm Diameter for TEM Disk (3 mm) Small Punch Tests”, Journal of Nuclear Materials 150, 1987.
- [38] Timoshenko, S. y Woinowsky-Krieger, S., “Theory of Plates and Shells”, 1950.
- [39] B.Arroyo, J.A.Ávarez, R.Lacalle. “Study of the energy for embrittlement damage initiation by SPT means. Estimation of KEAC in aggressive environments and rate considerations”, Theoretical and Applied Fracture Mechanics, 2016.
- [40] B. Arroyo, Caracterización mecánica de aceros de alta y media resistencia en condiciones de fragilización por hidrógeno mediante ensayos small punch, Tesis Doctoral, Universidad de Cantabria, 2017. <http://hdl.handle.net/10902/11521>.
- [41] https://es.wikipedia.org/wiki/Electrodo_de_calomelanos
- [42] G.M. Pressouyre, Trap theory of Hydrogen embrittlement, Acta Metall. 28 (1980) 895–911. doi:10.1016/0001-6160(80)90106-6.

Aplicación de la metodología de carga por escalones al ensayo Small Punch

[43] Cheon, J.S., Kim, I.S., «Evaluation of Thermal Aging Embrittlement in CF8 Duplex Stainless Steel by Small Punch Test,» Journal of Nuclear Materials vol. 278, pp. 96-103, 2000